

# **Schmiedegerecht nitrierte Gesenke**

Vom Fachbereich Produktionstechnik

der

Universität Bremen

zur Erlangung des Grades

Doktor-Ingenieur

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Chem. Stefanie Hoja

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. F. Hoffmann, Universität Bremen

Prof. Dr.-Ing. habil. O. Keßler, Universität Rostock

Tag der mündlichen Prüfung: 23.08.2017



## **Vorwort**

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Werkstofftechnik in Bremen (IWT). Die Untersuchungen wurden im Rahmen des Projektes „Schmiedegerecht nitrierte Gesenke“ durchgeführt. Das IGF-Vorhaben 16587 N der Forschungsvereinigung Stahlverformung e. V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert, wofür an dieser Stelle ausdrücklich gedankt sei.

Neben der finanziellen Förderung hat ein großer Personenkreis zur Entstehung dieser Arbeit beigetragen, von denen ich im Folgenden einige namentlich erwähnen möchte:

Meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. F. Hoffmann danke ich für seine Unterstützung und seinen fachlichen Rat.

Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. O. Keßler danke ich für die wissenschaftliche Betreuung als Zweitgutachter.

Ein besonderer Dank gilt meinem Betreuer Dr.-Ing. H. Klümper-Westkamp für seine jederzeit gewährte Unterstützung, seine Hilfe bei technischen Fragen und für seine konstruktive Kritik. Die Gespräche mit ihm haben sich stets positiv auf den Fortgang der Arbeit ausgewirkt.

Mein Dank gilt außerdem der projektbegleitenden Patengruppe und insbesondere der Firma Hirschvogel für die Anregungen und Diskussionen bei den Projektsitzungen sowie für die aktive Unterstützung des Projektes durch Bereitstellung von Probenmaterial und dem Einsatz der Versuchswerkzeuge in der Serienfertigung.

Allen Kollegen und Mitarbeitern des IWT danke ich für die sehr gute und konstruktive Zusammenarbeit und das angenehme Arbeitsklima. Besonders möchte ich mich bei allen Mitarbeitern der Härterei, der Metallografie, der Werkstatt und der physikalischen Analytik des IWT für die Unterstützung bei den experimentellen Arbeiten bedanken.

Meiner Familie danke ich, dass sie mir das Fundament für meine Ausbildung bereitet haben und mich immer unterstützt haben.

Schließlich möchte ich meinem Mann Timo für die Liebe, Geduld und Unterstützung danken, die er mir während und insbesondere in der Endphase der Arbeit gegeben hat.

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>1. Einleitung und Problemstellung</b>	<b>1</b>
<b>2. Kenntnisstand</b>	<b>2</b>
2.1. Nitrieren und Nitrocarburieren	2
2.1.1. Aufbau und Zusammensetzung der Nitrierschicht	2
2.1.2. Gasnitrieren und –nitrocarburieren	5
2.1.3. Niederdrucknitrieren	7
2.1.4. Plasmanitrieren und –nitrocarburieren	7
2.1.5. Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPN)	11
2.1.6. Entstehung von Eigenspannungen beim Nitrieren	13
2.1.7. Eigenschaften nitrierter und nitrocarburierter Bauteile	15
2.1.8. Nitrieren von Warmarbeitswerkzeugen	17
2.2. Warmmassivumformung	19
2.2.1. Beanspruchungsarten von Schmiedegesenken	20
2.2.2. Entstehung von Werkzeugschädigungen	22
2.2.3. Maßnahmen zur Werkzeugstandmengenerhöhung	24
<b>3. Untersuchungsmethoden</b>	<b>28</b>
3.1. Mikroskopische Methoden	28
3.1.1. Lichtmikroskopie	28
3.1.2. Rasterelektronenmikroskopie	28
3.1.3. Elektronenstrahl-Mikroanalyse (EDX)	29
3.2. Härteprüfung	29
3.3. Glimmentladungsspektroskopie	30
3.4 Röntgenografie	30
<b>4. Versuchsdurchführung</b>	<b>31</b>
4.1. Untersuchungswerkstoff und Probenform	31
4.2. Vorwärmebehandlung	33
4.3. Nitrierbehandlung	34
4.3.1. Gasnitrieren und –nitrocarburieren	35
4.3.2. Niederdruckgasnitrieren	36
4.3.3. Plasmanitrieren und –nitrocarburieren	37
4.3.4. Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPN)	38
4.4.5. Mehrstufennitrieren	39
4.3.6. Kombinationsbehandlungen	39
4.4. Eigenspannungsuntersuchungen	40
4.5. Standmengenuntersuchungen	41
4.5.1. Versuchswerkzeuge	41
4.5.2. Nitrier- und Nitrocarburierbehandlungen der Werkzeuge	42
4.5.3. Abschmiedung	43
4.5.4. Verschleißmessung	43
4.5.5. Metallografische Analyse der Schäden	44
<b>5. Darstellung der Versuchsergebnisse</b>	<b>47</b>
5.1. Vorwärmebehandlung	47
5.2. Nitrierbehandlung	50



5.2.1. Gasnitrieren und –nitrocarburieren	50
5.2.1.1. Gasnitrieren ohne Verbindungsschicht	50
5.2.1.2. Gasnitrieren mit Verbindungsschicht	52
5.2.1.3. Gasnitrocarburieren	54
5.2.2. Niederdruckgasnitrieren	56
5.2.3. Plasmanitrieren und –nitrocarburieren	58
5.2.3.1. Einfluss des Verhältnis $N_2:H_2$	58
5.2.3.2. Einfluss der Nitrierdauer	61
5.2.3.3. Einfluss der Nitriertemperatur	62
5.2.3.4. Plasmanitrocarburieren	64
5.2.3.5. Einfluss der Nitrieranlage	66
5.2.4. Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPN)	69
5.2.5. Mehrstufennitrieren	73
5.2.6. Kombinationsbehandlungen	75
5.3. Eigenspannungen	76
5.3.1. Eigenspannung nach der Fertigung	76
5.3.2. Eigenspannungen nach dem Nitrieren	77
5.3.3. Beeinflussung der Eigenspannungen beim Nitrieren	79
5.3.4. Eigenspannungen am Werkzeug	79
5.4. Standmengenuntersuchungen	80
5.4.1. Dokumentation der Nitrier- und Nitrocarburierbehandlungen	80
5.4.1.1. Begleitende Scheibenproben	80
5.4.1.2. Versuchswerkzeuge	84
5.4.1.3. Serienwerkzeuge	84
5.4.2. Werkzeugstandmengen	87
5.4.3. Werkzeugverschleiß	88
5.4.4. Werkzeugschädigungen	93
5.4.4.1. Obergesenke	93
5.4.4.2. Untergesenke	104
<b>6. Diskussion der Versuchsergebnisse</b>	<b>112</b>
6.1. Nitrierbehandlung	112
6.1.1. Verbindungsschicht	112
6.1.2. Diffusionsschicht	113
6.1.3. Verfahrensvarianten- und kombinationen	116
6.2. Ausgangsgefüge	117
6.2.1. Vorwärmebehandlung	118
6.2.2. Eigenspannungen	119
6.3. Standmengenuntersuchungen	121
6.3.1. Nitrierbehandlung der Schmiedegesenke	121
6.3.2. Werkzeugstandmengen	122
6.3.3. Werkzeugverschleiß	124
6.3.4. Werkzeugschädigungen	126
6.3.4.1. Außenradien	126
6.3.4.2. Innenradien	135
6.3.4.3. Gravurflächen	136
6.3.5. Auswahl einer beanspruchungsgerechten Nitrierschicht	139
6.3.5.1. Nitrierhärte tiefe	139
6.3.5.2. Verbindungsschicht	139

<b>7. Zusammenfassung</b>	141
<b>8. Ausblick</b>	141
<b>9. Literatur</b>	143
<b>10. Anhang</b>	149
10.1. Metallografische Schliffe der Versuchswerkzeuge nach dem Nitrieren	149

## Abkürzungsverzeichnis

ASPN	Plasmanitrieren mit aktivem Gitter (active screen plasma nitriding)
CL	Verbindungsschicht
CLT	Verbindungsschichtdicke (compound layer thickness)
$\sigma_{CLT}$	Standardabweichung der Verbindungsschichtdicke
CLT <sub>p</sub>	poröser Teil der Verbindungsschicht
EDX	Elektronenstrahl-Mikroanalyse (EDX)
ES	Eigenspannung(en)
ESU	Elektro-Schlacke-Umschmelzen
GDOES	Glimmentladungsspektroskopie (glow discharge optical emission spectroscopy)
GN	Gasnitrieren
GNC	Gasnitrocarburieren
K <sub>N</sub>	Nitrierkennzahl
K <sub>C</sub> <sup>W</sup>	Aus dem Wassergasgleichgewicht abgeleitete Kohlungskennzahl
K <sub>C</sub> <sup>B</sup>	Aus dem Boudouardgleichgewicht abgeleitete Kohlungskennzahl
LBV	Lichtbogen-Vakuum-Umschmelzen
LPN	Niederdrucknitrieren (low pressure nitriding)
NHD	Nitrierhärte tiefe (nitriding hardness depth)
PN	Plasmanitrieren
ZTA	Zeit-Temperatur-Austenitisierungsschaubild
ZTU	Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild



## 1. Einleitung und Problemstellung

Schmiedegesenke unterliegen in ihrem Einsatz einer komplexen Beanspruchung. Mit 70 % ist der Verschleiß der thermisch, mechanisch und tribologisch am höchsten beanspruchten Gravurbereiche die häufigste Ausfallursache [Klu10]. Um der hohen Beanspruchung zu begegnen, werden die Oberflächen und Randbereiche der Werkzeuge nitriert, da neben dem Verschleißwiderstand, der Härte und der Korrosionsbeständigkeit auch die Temperaturbeständigkeit verbessert wird. Die typischen Warmrisse treten zeitlich versetzt auf, was eine Standmengenerhöhung zur Folge hat [Lie06], [Bay08].

Die mittleren Standmengen nitrierter Werkzeuge liegen um ca. 40 % höher als bei nur vergüteten Werkzeugen. Die Schwankungsbreite ist jedoch beträchtlich, da die Nitrierbehandlung in Bezug auf Warmarbeitsstähle bisher wenig differenziert betrachtet wurde. Dabei ermöglicht der Einsatz von Sensor- und Regelsystemen zusammen mit dem Verständnis der ablaufenden Mechanismen beim Nitrieren und Nitrocarburieren die gezielte Einstellung von sehr unterschiedlichen Randzuständen.

Thermodynamisch berechnete Diagramme, aus denen ersichtlich ist, bei welchen Kennzahlen sich welche Randschichtzustände im thermodynamischen Gleichgewicht einstellen, liegen für Warmarbeitsstähle in der Literatur nur ansatzweise vor. In der vorliegenden Arbeit sollten daher systematisch und allgemeingültig die Einflussgrößen erarbeitet werden, die durch das Nitrieren zusammen mit der Vorwärmebehandlung die Eigenschaften des Warmarbeitsstahls X38CrMoV5-3 in der Werkzeugrandzone definieren. Dabei wurden sowohl das geregelte Gasnitrieren und –nitrocarburieren wie auch das Plasmanitrieren und –nitrocarburieren und ihre Verfahrensvarianten eingesetzt.

Der zweite Schwerpunkt dieser Arbeit war die Untersuchung unterschiedlicher nitrierter Randzonen im Standard-Serienschmiedeprozess unter realen Bedingungen, um den Einfluss des Nitrierens und Nitrocarburierens mit seiner Variantenvielfalt der Randschichtausbildung auf die Werkzeuglebensdauer und den Werkzeugverschleiß beim Gesenkschmieden zu ermitteln. Das Ziel der Untersuchungen war, eine qualifizierte und differenzierte Aussage und Empfehlung zu erarbeiten, welche Nitrierbehandlung für welche Beanspruchung beim Schmieden am besten geeignet ist und die höchsten Standmengen ermöglicht.

## 2. Kenntnisstand

### 2.1. Nitrieren und Nitrocarburieren

Thermochemische Randschichtbehandlungen werden bereits seit Jahrzehnten in der Industrie eingesetzt, um das Gebrauchsverhalten von Bauteilen aus Eisenbasiswerkstoffen dem Beanspruchungsprofil anzupassen. Das Nitrieren gehört dabei zu den wichtigsten Oberflächenbehandlungsverfahren. Hauptgründe für die große Bedeutung dieses Verfahrens sind die geringen Kosten, die gute Maßbeständigkeit infolge der niedrigen Behandlungstemperatur sowie eine breite Anwendungsvielfalt. Durch das Nitrieren und Nitrocarburieren kann das Gebrauchsverhalten von Bauteilen im Hinblick auf das Ermüdungs-, Verschleiß- und Korrosionsverhalten verbessert werden.

Die Erzeugung nitridhaltiger Schichten auf Eisenbasiswerkstoffen kann mittels fester (Pulver, Paste), flüssiger (Salzschmelzen, wässrige Lösungen), gasförmiger (Gasgemische auf  $\text{NH}_3$ -Basis) Stickstoffspender oder im stickstoffhaltigen Plasma erfolgen. Ziel ist bei allen Verfahren die Verbesserung der Gebrauchseigenschaften, wie Zunahme der Härte im randnahen Bereich, Erhöhung der Warm- und Dauerfestigkeit sowie Steigerung der Beständigkeit gegenüber Korrosion, adhäsivem und abrasivem Verschleiß und thermischer Ermüdung. Heutzutage finden überwiegend das Gasnitrieren und –nitrocarburieren sowie das Plasmanitrieren und –nitrocarburieren Anwendung in der Industrie, daher sollen diese Verfahren im Folgenden näher erläutert werden. Das Salzbadnitrocarburieren, das ebenfalls noch industriell durchgeführt wird, verliert zunehmend an Bedeutung, da die Umweltschutzauflagen bezüglich der verwendeten Salzschmelzen hoch sind.

#### 2.1.1. Aufbau und Zusammensetzung der Nitrierschicht

Die Entstehung der Nitrierschicht beruht auf der Einlagerung von Stickstoffatomen in die Oktaederlücken des von den Eisenatomen gebildeten Gitters. Die Menge des interstitiell löslichen Stickstoffs hängt vom Lösungsvermögen der jeweils vorliegenden Gefügebestandteile und der Temperatur ab (vgl. *Abbildung 1*).

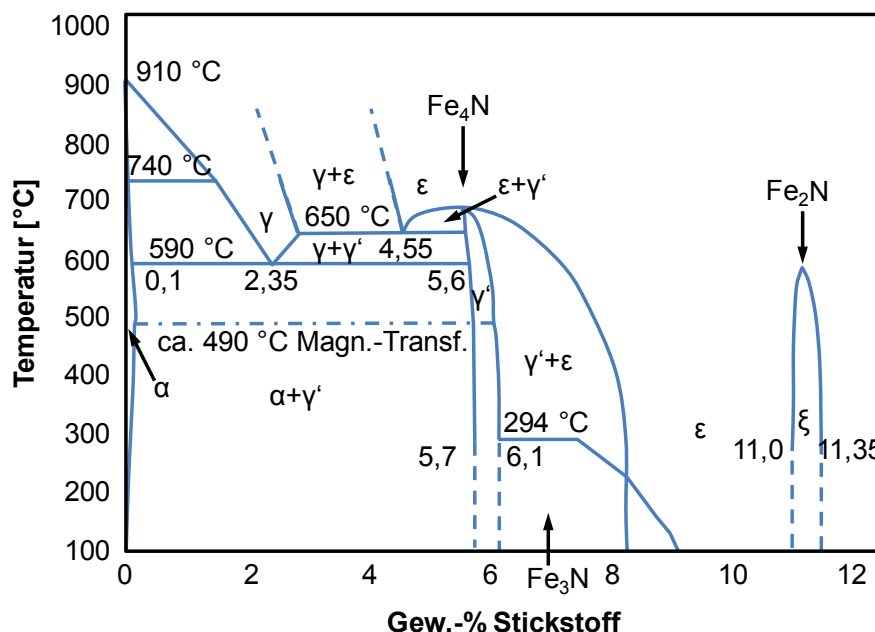
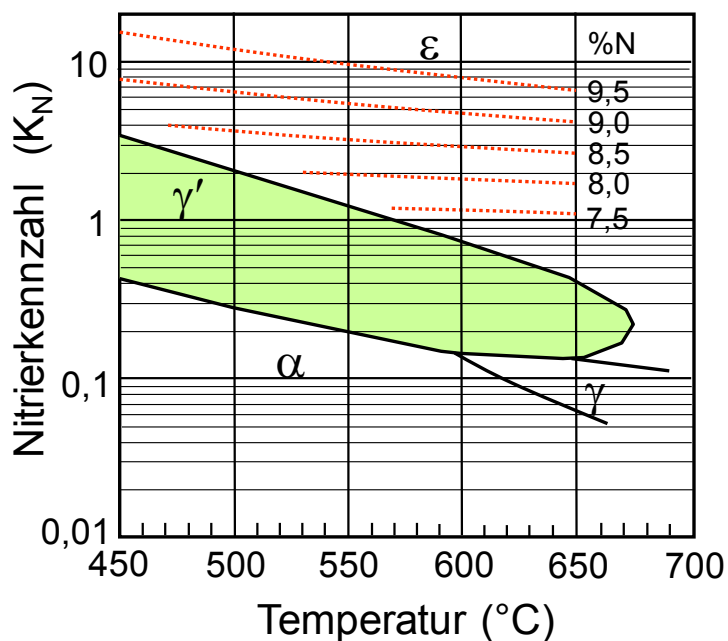


Abbildung 1: Zustandsdiagramm des Zweistoffsystems Eisen-Stickstoff [Han58]

Wenn die Sättigung der Matrix mit interstitiellem Stickstoff erreicht ist, bilden sich an der Oberfläche des Werkstoffs zunächst Keime des  $\gamma'$ -Nitrids ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ). Bei ausreichend hohem Stickstoffangebot der Nitrieratmosphäre bildet sich auf den  $\gamma'$ -Nitridkeimen das stickstoffreichere  $\varepsilon$ -Nitrid ( $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ). Durch das Zusammenwachsen der Nitridkeime während des Nitrierens entsteht schließlich im oberflächennahen Teil der Nitrierschicht eine geschlossene Eisennitridschicht, die Verbindungsschicht (CL, engl. compound layer).

Die nur wenige Mikrometer dicke Verbindungsschicht besteht fast ausschließlich aus Eisennitriden. Sie erscheint bei der metallografischen Präparation im Schliff hell und strukturlos (daher im englischen Sprachraum auch die Bezeichnung „white layer“), da sie nur schwer anätzbar ist. Die Zusammensetzung der Verbindungsschicht kann durch die Wahl der Nitrierparameter beeinflusst werden. Das Lehrer-Diagramm (*Abbildung 2*) beschreibt die jeweiligen Existenzbereiche der Nitridphasen in Reineisen beim Gasnitrieren in Abhängigkeit von der Temperatur und der Nitrierkennzahl (vgl. *Gleichung 3*) [Leh30]. Beim Nitrocarburieren entstehen bevorzugt Verbindungsschichten aus dem  $\varepsilon$ -Carbonitrid, dessen Stickstoff- und Kohlenstoffgehalt durch Nitrieren mit den entsprechenden Kennzahlen variiert werden kann (vgl. *Abbildung 3*). Für technische Legierungen sind die Lagen der Phasengrenzen aufgrund der Legierungselemente verschoben, *Abbildung 2* und *Abbildung 3* können also nur zur groben Abschätzung bei der Wahl der Nitrierparameter dienen.



*Abbildung 2: Existenzbereiche der Eisennitridphasen (Lehrer-Diagramm) nach [Spi03]*

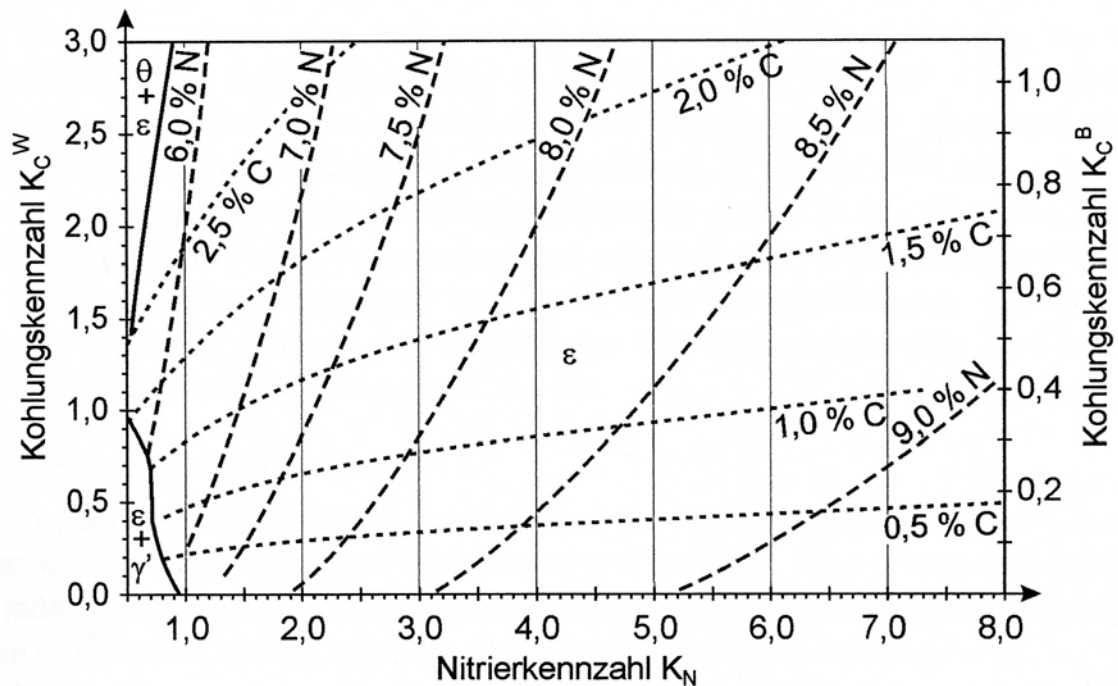


Abbildung 3: Berechnete Gleichgewichte beim Nitrocarburieren abhängig von der Nitrier- und Kohlungskennzahl,  $T = 570^\circ\text{C}$  [Kun90]

Im oberflächennahen Teil der Verbindungsschicht liegt in der Regel eine gewisse Porosität vor. Die Entstehung der Poren wird auf das Zusammenwirken unterschiedlicher Mechanismen zurückgeführt. Als Hauptmechanismen werden heute die Porenbildung infolge des hohen isostatischen Druckes bei der Bildung von molekularem Stickstoff an Fehlstellen und Phasenumwandlungen in der Verbindungsschicht beim Abkühlen von der Nitriertemperatur gesehen. Ob die Gebrauchseigenschaften durch den Porensaum positiv oder negativ beeinflusst werden, ist bisher ungeklärt. Einerseits ist der poröse Bereich der Verbindungsschicht ein hartes, hohles Skelett, aus dem bei entsprechender Belastung Teile der Verbindungsschicht ausbrechen. Je nach Art des Tribosystems kann der Verschleiß dadurch extrem in die Höhe schnellen oder ein günstigeres Einlaufverhalten beobachtet werden. Auf der anderen Seite soll der Porensaum als Schmierstoffdepot fungieren können und so dem Verschleiß entgegen wirken [Lie06].

Unterhalb der Verbindungsschicht befindet sich die Ausscheidungsschicht (oder Diffusionsschicht) bestehend aus Eisen(carbo)nitriden oder einer übersättigten Lösung von Stickstoff in einer metallischen Matrix. Technische Legierungen enthalten neben dem Hauptelement Eisen eine Reihe von Legierungselementen, mit denen der Stickstoff ebenfalls Nitride bilden kann (z. B. Chrom, Titan, Vanadium, Molybdän). Durch den Volumenunterschied zwischen den ausgeschiedenen Legierungselementnitriden (Sondernitride) und der Eisenmatrix entstehen im Bereich der Nitridausscheidungen Gitterverzerrungen, die eine Verfestigung der Eisenmatrix bewirken. Vereinfachend kann man feststellen, je mehr Legierungselemente beim Nitrieren zum Einsatz kommen, desto höher die Oberflächenhärte, aber auch desto geringer die Diffusionstiefe und umgekehrt.

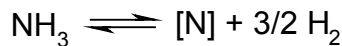
Durch geschickte Wahl der Prozessparameter (vgl. Lehrer-Diagramm, *Abbildung 2*) kann die Entstehung der Verbindungsschicht unterdrückt und eine reine Ausscheidungsschicht erzeugt werden.



### 2.1.2. Gasnitrieren und –nitrocarburieren

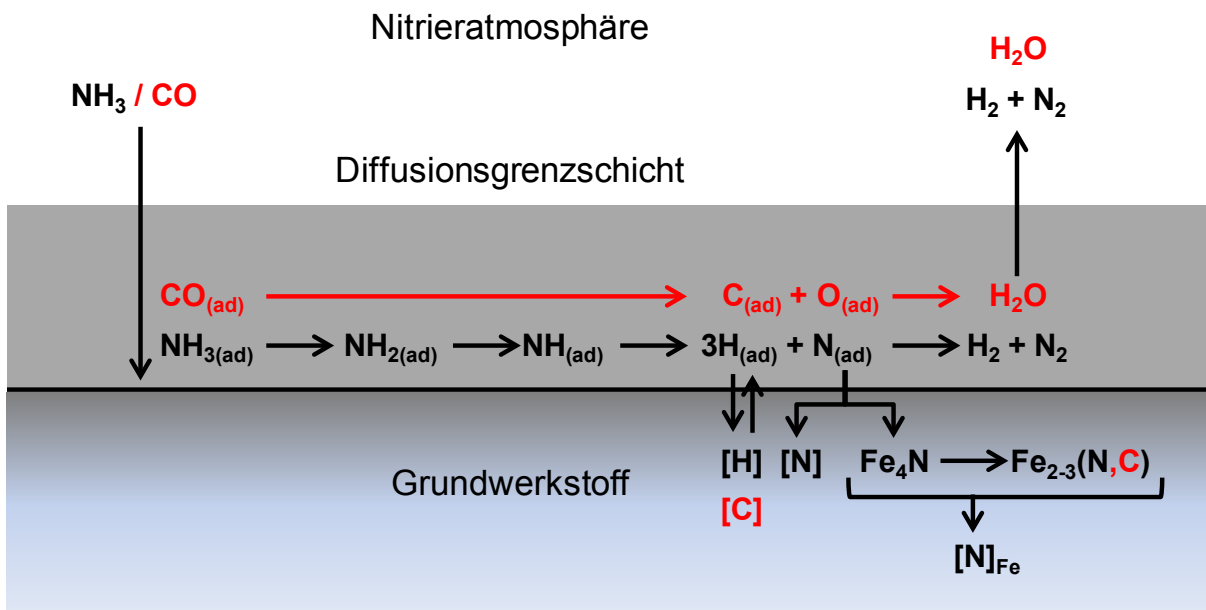
Das Gasnitrieren und –nitrocarburieren wird üblicherweise in ammoniakalischen Gasmischungen durchgeführt. Neben Ammoniak ( $\text{NH}_3$ ) als Stickstoffspender enthalten die Nitrieratmosphären die Gase Wasserstoff und/oder Stickstoff zur Prozessregelung sowie Kohlenstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelsender für die Verfahrensvarianten Nitrocarburieren, Oxinitrieren und Sulfonitrieren. Wegen seiner verfahrenstechnischen Vielfalt zur kontrollierten und reproduzierbaren Erzeugung beanspruchungsgerechter Nitrierschichten und der anlagentechnischen Breite zur Behandlung von Bauteilen unterschiedlichster Geometrie (vom Windkraftgetriebe bis hin zum Schüttgut) ist das Gasnitrieren in der industriellen Anwendung weit verbreitet.

Die Behandlungstemperaturen für das Nitrieren liegen üblicherweise zwischen 480 °C und 520 °C, das Nitrocarburieren wird bei 570 °C bis 590 °C durchgeführt. In diesen Temperaturbereichen findet eine thermische Zersetzung des in der Ofenatmosphäre enthaltenen Ammoniaks gemäß *Gleichung 1* statt.



*Gleichung 1*

Die thermische Zerfallsreaktion findet stufenweise statt und wird durch die Oberfläche des Eisenbasiswerkstoffes katalysiert. Die entstehenden Stickstoffatome  $[\text{N}]$  können entweder in den Werkstoff hinein diffundieren oder zu Stickstoffmolekülen kombinieren. Die Vorgänge bei der stufenweisen Zersetzung des Ammoniaks an der Phasengrenze Gas/Metall sind in *Abbildung 4* schematisch dargestellt.



*Abbildung 4: Schematische Darstellung des Ammoniakzerfalls an der Phasengrenze Gas/Metall beim Nitrieren und Nitrocarburieren. Die beim Nitrocarburieren zusätzlich ablaufenden Vorgänge sind rot gekennzeichnet. [Lie06]*

Der Ammoniakzerfall wird durch die Gleichgewichtskonstante  $K$  (*Gleichung 2*) beschrieben:

$$K = \frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{N}_2}^{1/2} \cdot p_{\text{H}_2}^{3/2}}$$

*Gleichung 2*

In Abhängigkeit von Temperatur, Begasungsrate, Druck und Oberfläche der zu nitrierenden Charge stellt sich ein bestimmtes Partialdruckverhältnis zwischen Ammoniak, Wasserstoff und Stickstoff ein. Die Nitrierwirkung der Ofenatmosphäre ändert sich mit der Gaszusammensetzung. Zur Prozesskontrolle und Regelung des Nitrierens wird in der Praxis mit der Nitrierkennzahl (*Gleichung 3*) gearbeitet.

$$K_N = \frac{p_{NH_3}}{p_{H_2}^{3/2}} \quad \text{Gleichung 3}$$

Die Nitrierkennzahl beschreibt den Zusammenhang zwischen den beim Gasnitrieren herrschenden Bedingungen und erlaubt eine Abschätzung der Aufstickungswirkung. Die Nitrierwirkung nimmt mit steigendem  $NH_3$ -Gehalt (und/oder abnehmenden  $H_2$ -Gehalt) der Atmosphäre zu und umgekehrt. Über die Nitrierkennzahl kann somit der Prozess bei gegebener Temperatur, Begasungsrate und Ofendruck geregelt werden.

Wie bereits aus der Verfahrensbezeichnung hervorgeht, werden beim Nitrocarburieren neben Stickstoff auch Kohlenstoffspender in die Ofenatmosphäre gemischt. Unter technischen Bedingungen sind es fast ausschließlich die beiden Gase Kohlenmonoxid (CO) und Kohlendioxid ( $CO_2$ ). In der Ofenatmosphäre stellt sich bei Anwesenheit von CO/ $CO_2$  das Wassergasgleichgewicht (*Gleichung 4*) ein:



(Wassergasgleichgewicht)

Für das Reaktionsgeschehen an der Werkstoffoberfläche (*Abbildung 4*) sind beim Nitrocarburieren neben dem Ammoniakzerfall (*Gleichung 1*) die folgenden Zerfallsreaktionen des Kohlenmonoxids von Bedeutung, da hier diffusionsfähiger Kohlenstoff entsteht:



(Boudouard-Gleichgewicht)



Analog zur Nitrierkennzahl beschreibt die Kohlungskennzahl  $K_C$  das Aufkohlungsvermögen der Nitrocarburieratmosphäre. Für CO bzw.  $CO_2$  als Kohlenstoffspender gibt es zwei Möglichkeiten, die Kohlungskennzahl anzugeben (*Gleichung 7* und *Gleichung 8*).

- Aus dem Wassergasgleichgewicht abgeleitet:

$$K_C^W = \frac{p_{CO} \cdot p_{H_2}}{p_{H_2O}} \quad \text{Gleichung 7}$$

- Aus dem Boudouard-Gleichgewicht abgeleitet:

$$K_C^B = \frac{p_{CO}}{p_{CO_2}} \quad \text{Gleichung 8}$$

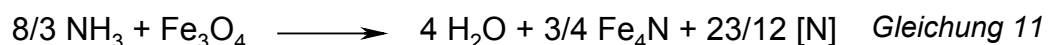
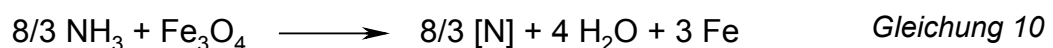
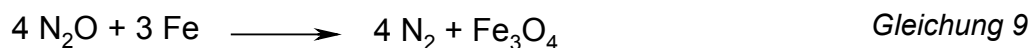
Bei Zugabe von Kohlendioxid wird durch die Einstellung des Wassergasgleichgewichts Wasserstoff verbraucht und dadurch die Nitrierkennzahl gesenkt. Umgekehrt wird beim

Einsatz von Kohlenmonoxid die Nitrierkennzahl erhöht, da durch Einstellen des Gleichgewichts Wasserstoff gebildet wird. Die Wassergasreaktion ist also dafür verantwortlich, dass die beiden das Reaktionsverhalten der Atmosphäre kennzeichnenden Größen  $K_N$  und  $K_C$  nicht unabhängig voneinander verändert werden können. Die beim Nitrocarburieren zusätzlich zu den beim Nitrieren ablaufenden Vorgänge sind in *Abbildung 4* rot hervorgehoben.

### 2.1.3. Niederdrucknitrieren

Das Niederdrucknitrieren (LPN=low pressure nitriding) wurde in den 90er Jahren als leichter kontrollierbare Alternative zum klassischen Gasnitrieren, das bei Atmosphärendruck durchgeführt wird, entwickelt [Bru05]. Als Vorzüge des Verfahrens werden genannt: gute Schichtkontrolle, kompakte Verbindungsschichten, hohe Nitrierkinetik, Behandlung von Bohrungen etc., Behandlung von Schüttgut, saubere Teile, geringer Gasverbrauch, Behandlung von Titanlegierungen und rostfreiem Stahl. Nachteilig sind der  $NH_3$ -Ausschuss sowie die Schwierigkeiten bei der partiellen Nitrierung [Foi98], [Sou95].

Die Nitriertemperatur liegt im selben Temperaturbereich wie beim atmosphärischen Gasnitrieren. Als Stickstoffspender dient Ammoniak entweder direkt oder vorgespalten. Der Prozessdruck liegt üblicherweise zwischen 200 und 400 mbar [Bru05]. Neben Ammoniak als nitrierendes Gas kann der Ofenatmosphäre Stickstoff zugeführt werden, um die Nitrierwirkung dieser zu regulieren. In einigen Fällen wird außerdem Stickstoffoxid (ca. 3 %) als Katalysator und oxidierendes Gas zugegeben. Neben der direkten Oxidation des Eisens durch das Stickstoffoxid (*Gleichung 9*) reagiert der aus der Ammoniakspaltung (*Gleichung 1*) entstandene Wasserstoff mit dem Stickstoffoxid zu Wasser, was wiederum zur Oxidation der Werkstückoberfläche beiträgt. Die anschließende Reaktion mit dem Ammoniak der Atmosphäre nach *Gleichung 10* und *Gleichung 11* führt zu einer Nitrierung [Foi98] [Ros98], [Sou95].



Eine Verdünnung der  $NH_3$ -Atmosphäre während des Prozesses mit Stickstoff führt zu dünneren Verbindungsschichten und verringert die Porenbildung. Die Anzahl der benötigten Prozessschritte ist abhängig vom Werkstoff und dem gewünschten Nitrierergebnis [Foi98].

Neben dem reinen Nitrieren kann durch Zugabe eines kohlenstoffabgebenden Gases (z. B.  $CO_2$ ) auch im Niederdruck nitrocarburiert werden. Auch ein Oxidieren nach dem Nitrieren ist möglich [Foi98], [Mir09].

### 2.1.4. Plasmanitrieren und -nitrocarburieren

Die Grundlagen der Niederdruckgasentladung wurden bereits Ende des 19. Jahrhunderts mit der Messung der Strom-Spannungs-Kurve in *Abbildung 5* durch Thomson und Rutherford gelegt. Für das Plasmanitrieren sind die Bereiche ab E interessant. Die normale Glimmentladung wurde früher in Spannungstabilisierungsröhren ausgenutzt. Da die

Entladung die Kathode nur teilweise bedeckt und das Bauteil daher nur teilweise nitriert wird, ist dieses Verfahren technisch jedoch nicht von Interesse. Für die vollständige Beglimmung der Kathode muss eine Mindeststromdichte auf der gesamten Werkstückoberfläche eingehalten werden, daher wird technisches Plasmanitrieren im Bereich der anomalen Glimmentladung (F-G) durchgeführt.

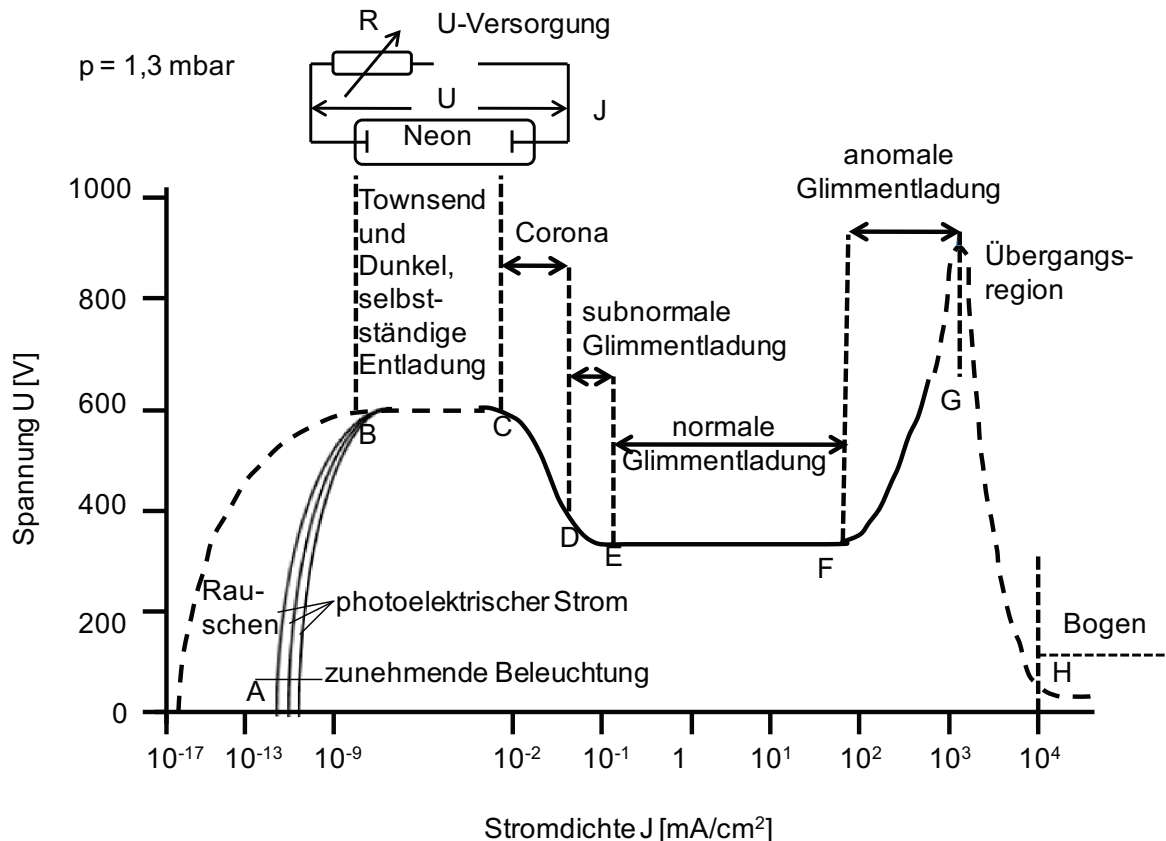


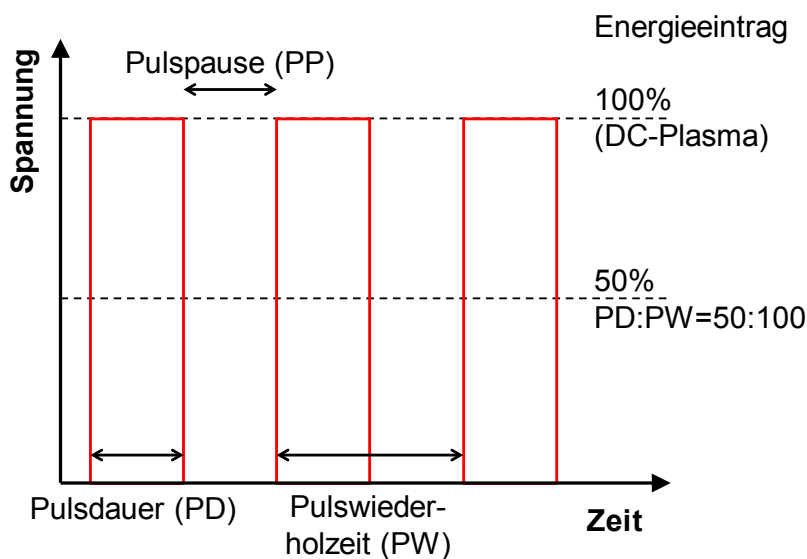
Abbildung 5: Strom-Spannungscharakteristik einer Gasentladung bei konstantem Druck [Fra56]

Im Bereich G bis H erfolgt der Umschlag von der Glimmentladung in die Bogenentladung. Der Umschlagpunkt wird von einer Vielzahl von Parametern beeinflusst. Bei einem verunreinigten Werkstück kann der Bogen bereits vor dem Erreichen der vollständigen Glimmbedeckung ab  $10^{-9} \text{ A/cm}^2$  auftreten, während unter Laborbedingungen Stromdichten von  $1 \text{ A/cm}^2$  erreicht werden können. Die in *Abbildung 5* gezeigte Strom-Spannungscharakteristik ist abhängig vom Prozessdruck. Für niedrigere Drücke verschiebt sich die Kurve auf der x-Achse zu kleineren Werten. Eine vollständige Glimmbedeckung wird also bei geringeren Stromdichten erreicht und die Gefahr von Überschlügen ist kleiner [Wil82].

Das Plasmanitrieren wurde bereits vor dem zweiten Weltkrieg angewandt. Der Stand der Technik waren bis Anfang der 80er Jahre wassergekühlte Anlagen, bei denen die Entladung durch eine Gleichspannung gespeist wurde. Dieses Verfahren erlaubt jedoch nur eine geringe Chargierdichte und es treten große Temperaturdifferenzen innerhalb der Charge auf, was zu einem ungleichmäßigen Nitrierergebnis führt. Hinzu kommt ein hoher Energieverbrauch [Lie06]. Beim gepulsten Plasmanitrieren (PN) werden durch die Kombination isolierter, beheizter Rezipient und Pulsplasma die Stromdichte und die Oberflächentemperatur entkoppelt. Das hat eine Entkopplung der thermischen und

chemischen Prozessführung zur Folge. Das Plasma steuert den Stoffübergang, während die Isolierung und die Wandheizung die Temperaturführung übernehmen. Die Temperaturgleichmäßigkeit und damit die Gleichmäßigkeit der Nitrierung in der Charge wird verbessert. Außerdem kann auf die beim Gleichstromplasmanitrieren benötigte Kühlung verzichtet werden, wodurch der Energieverbrauch gesenkt wird [Bet94].

Beim Plasmanitrieren gibt es neben den herkömmlichen Prozessparametern Temperatur, Behandlungsdauer, Gaszusammensetzung und Druck die sogenannten Plasmamaparameter Spannung, Stromdichte, Plasmaleistungsdichte, Pulsdauer und Pulswiederholzeit (vgl. *Abbildung 6*). Typische Werte für die Pulsdauer liegen bei 50 bis 100  $\mu\text{s}$  und für die Pulswiederholzeit bei 100 bis 300  $\mu\text{s}$ .



*Abbildung 6: Schematische Darstellung des Plasmanitrierens [Lie06]*

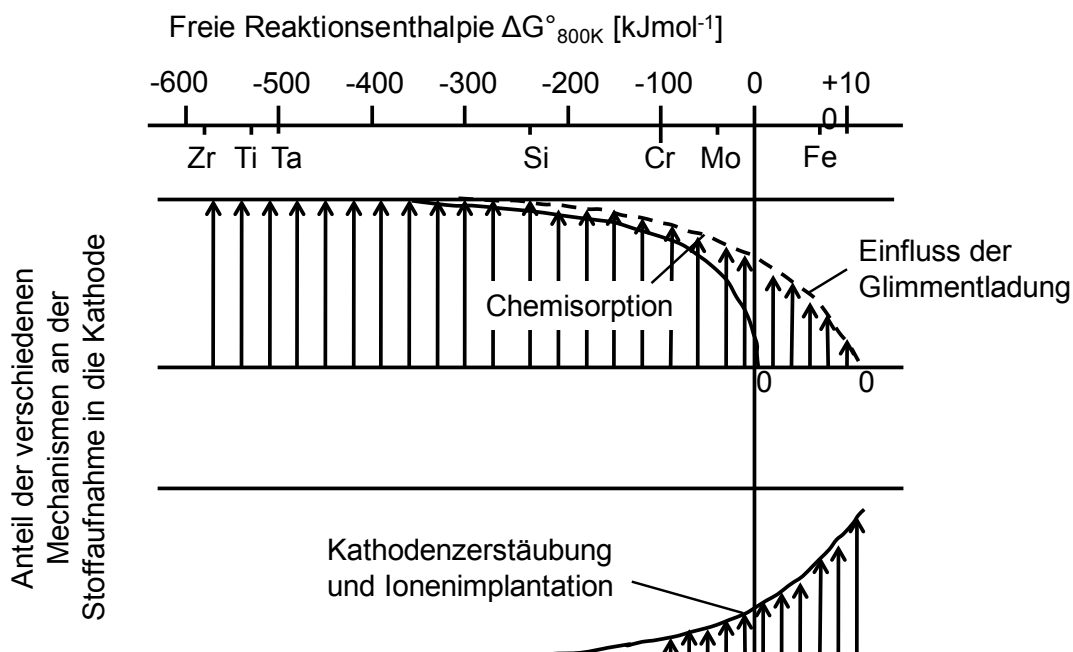
Der Mechanismus des Stoffübergangs vom Plasma zum Festkörper wird in der Literatur widersprüchlich beschrieben. Folgende Modelle, die als Teilprozesse zur Stickstoffaufnahme aufgefasst werden können, werden diskutiert:

1. **Aktivierung:** Die Aktivierung wirkt beim Plasmanitrieren unterstützend. Verunreinigungen, die den Nitrierprozess behindern, desorbieren durch Ionenbeschuss, UV-Strahlung und/oder Reaktion zu flüchtigen Produkten von der Oberfläche. Durch die Sputterwirkung der Ionen und Neutralteilchen aus dem Plasma erhöht sich die Defektdichte an der Werkstückoberfläche. Dadurch werden die Oberflächendiffusion und die Chemisorption beschleunigt [Lam91a], [Lam91b].
2. **Implantation:** Die Stickstoffimplantation ist für das industrielle Plasmanitrieren nur von geringer Bedeutung, da hierfür hohe Beschleunigungsspannungen von über 4000 V benötigt werden. Beim Plasmanitrieren werden jedoch nur Spannungen von 300-1300 V eingesetzt.
3. **Zerstäubung:** Nach Kölbel [Koe65] wird zunächst elementares Eisen von der Werkstückoberfläche abgesputtert. Die Eisenatome reagieren im Plasma zu  $\text{FeN}$ , das sich auf der Werkstückoberfläche abscheidet. Da  $\text{FeN}$  thermisch nicht stabil ist, zerfällt es unter Abgabe von diffusionsfähigem Stickstoff in Eisennitride mit geringerem Stickstoffgehalt. Bestätigt wurde dieses Modell nur unter Laborbedingungen von Keller

[Kel71]. Im industriellen Plasmanitrierprozess unter Verwendung von Stickstoff-Wasserstoff-Gemischen spielt das K lbelsche Modell nur eine untergeordnete Rolle, da die Zerst ubung bereits bei Anwesenheit geringer Mengen Wasserstoff nicht nachgewiesen werden konnte [Lam91a], [Lam91b].

4. Adsorption: Die Adsorption von Teilchen kann durch Physisorption oder Chemisorption stattfinden. Bei der Physisorption werden die Teilchen durch van-der-Waals-Kr fte gebunden, bei der Chemisorption entsteht eine molekulare Bindung. Die adsorbierten Teilchen k nnen wieder abgesputtert werden, auf der Oberfl che gebunden bleiben oder dissoziieren. Welche der adsorbierten Teilchen die aktive Spezies sind, die die Nitrierung des Werkst ckes bewirken, ist noch nicht gekl rt. Verschiedene Autoren schreiben den Neutralteilchen die Nitrierwirkung zu [Bal97, Kar78, Rol82, Sza84, Tib74]. Dabei k nnen sowohl Neutralteilchen als auch neutrale Teilchen im angeregten Zustand, die durch Abst uben und/oder Reaktionen im Plasma entstanden sind, einen Beitrag leisten. Andere Autoren schreiben den adsorbierten Ionen die Nitrierwirkung zu [Hud73, Jon75]. Arzamasow konnte mit Hilfe der Plasmadiagnostik zeigen, dass in industriell relevanten Gasgemischen positive Stickstoffionen die wesentliche Ursache f r die Bildung der Nitrierschicht sind [Arz86].

Dass die verschiedenen Mechanismen Aktivierung, Implantation, Zerst ubung und Adsorption parallel nebeneinander ablaufen, ist wahrscheinlich. Rolinski und Karpinski schlagen ein Modell f r die Schichtbildung vor, das auf den unterschiedlichen Nitriereigenschaften der zu nitrierenden Werkstoffe basiert: Ist die Nitridbildungsenthalpie ausreichend negativ, so erfolgt die Schichtbildung durch Chemisorption. Ist die Bildungsenthalpie positiv, so wird eine Verbindungsschicht nur mit Hilfe von positiven Ionen gebildet (vgl. *Abbildung 7*).



*Abbildung 7: Einfluss der freien molaren Reaktionsenthalpie  $\Delta G^{\circ}_{800K}$  auf den Schichtbildungsmechanismus (schematisch) nach Karpinski und Rolinski [Rol82]*

Die Kohlenstoffaufnahme beim Plasmanitrocarburieren erfolgt wahrscheinlich (in Analogie zum Plasmaaufkohlen)  ber C<sup>+</sup>-Ionen. Untersuchungen zum Plasmaaufkohlen zeigen, dass

bei optimalen Bedingungen ein hoher Anteil an  $C^+$ -Ionen vorliegt [Lee85]. Auch die durch Dissoziation entstehenden  $CH_x$ -Moleküle leisten einen Beitrag zur Plasmaaufkohlung.

Die Verbindungsschichtbildung kann beim Plasmanitrieren durch das Stickstoffangebot gesteuert werden. Typische  $N_2:H_2$ -Verhältnisse, wie sie in der Praxis verwendet werden, sind in *Tabelle 1* dargestellt. Die genauen Phasengrenzen sind aufgrund der Legierungselemente abhängig vom Werkstoff. Beim Plasmanitrieren in Stickstoff-Wasserstoff-Gemischen mit  $N_2 < 10\%$  kann die Bildung einer Verbindungsschicht vollständig unterdrückt werden. Bei mittleren Stickstoffgehalten von 20-30 % entstehen porenarme Verbindungsschichten, die überwiegend aus  $\gamma'$ -Nitriden aufgebaut sind. Reine  $\epsilon$ -Nitrid-Verbindungsschichten können beim Plasmanitrieren aufgrund einer Entkohlung auch bei hohen Stickstoffgehalten von  $> 80\%$  nicht erzeugt werden. Beim Plasmanitrocarburieren wird bereits durch Zugabe von geringen Mengen kohlenstoffhaltiger Gase die  $\epsilon$ -Phase bevorzugt gebildet. Bei Kohlenstoffanteilen  $> 3$  Atom-% wird die Stickstoffaufnahme vollständig unterdrückt und es entstehen reine Zementitschichten [Lam91a], [Lam91b].

Verbindungsschichttyp	typisches $N_2:H_2$ -Verhältnis	
Vorrangig $\epsilon^*$	$H_2 < N_2$  $CH_4^{**}$	3:1 oder 4:1
Vorrangig $\gamma'$	$H_2 > N_2$	1:3 <sup>**</sup>
VS-frei	$H_2 \gg N_2$	1:8
* gebunden an eine ausreichend schnelle Kühlung		
** in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt des Stahles		

*Tabelle 1: Typische Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnisse zur Steuerung der Verbindungsschichtbildung beim Plasmanitrieren und -nitrocarburieren [Lie06]*

### 2.1.5. Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPN)

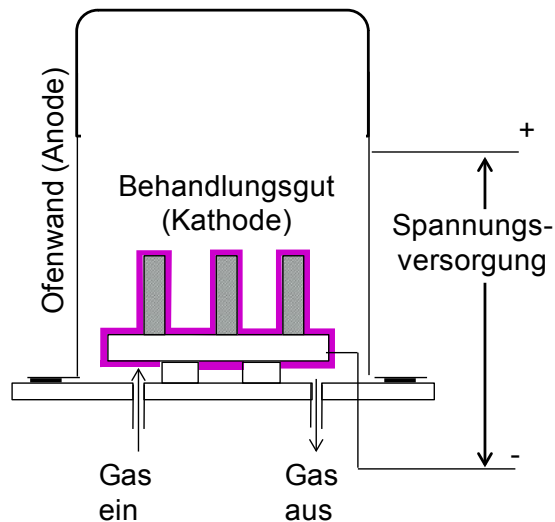
Beim konventionellen Plasmanitrieren können verschiedene Dinge zu einer ungleichmäßigen Nitrierschicht führen [Ata03], [Wil82]:

- die Verzerrung des elektrischen Feldes im Bereich von Ecken und Kanten,
- die Variation der Kathodenfall-Dicke,
- der Hohlkathodeneffekt,
- das Oberflächen-Volumenverhältnis,
- die Position des Werkstückes in der Ofenkammer [Ata03].

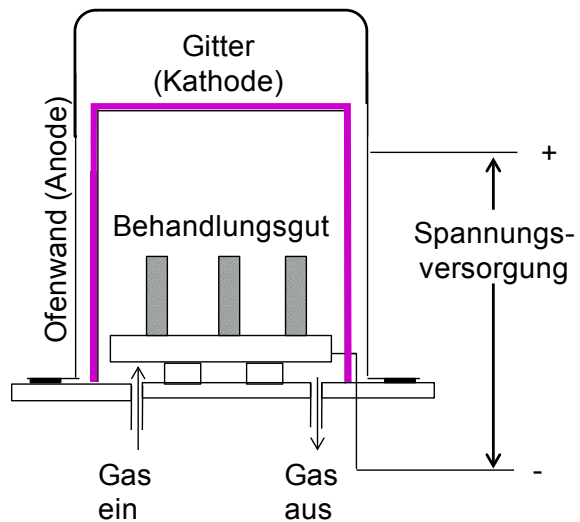
Das Plasmanitrieren mit einem aktiven Gitter wurde entwickelt, um diese Probleme zu umgehen. Im Englischen wird das Verfahren als „active screen plasma nitriding“ (ASPN) oder auch „trough cage plasma nitriding“ (TCPN) bezeichnet. Beim ASPN befinden sich die zu nitrierenden Werkstücke in einem Metallkäfig, an den eine hohe negative Spannung angelegt wird, sodass sich der Glimmsaum auf dem Metallkäfig und nicht auf dem Werkstück selber bildet. Die Reaktionsgase werden durch Strahlung des aufgeheizten Käfiggitters auf die Behandlungstemperatur gebracht. Die aktiven Teilchen wie Stickstoffionen  $N_2^+$  und -

neutralteilchen  $N_2$  werden am aktiven Gitter gebildet und bewegen sich von dort aus auf die Bauteiloberfläche [Aha06]. Das Prinzip ist in *Abbildung 8* veranschaulicht.

a) Herkömmliches Plasmanitrieren



b) Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPEN)



*Abbildung 8: Schematische Darstellung der Verfahren a) Plasmanitrieren und b) Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPEN)*

Da das Plasma beim ASPEN nicht am Werkstück selber erzeugt wird, treten keine Hohlkathoden- oder Kanteneffekte auf. Bei Verwendung ähnlicher Parameter wie beim konventionellen Plasmanitrieren kann ein ähnliches Nitrierergebnis erzeugt werden.

Untersuchungen von Cleugh [Cle02] zeigten, dass die aktiven Spezies, die sowohl beim herkömmlichen Plasmanitrieren als auch beim ASPEN durch das Plasma gebildet bzw. bereitgestellt werden, eine unterschiedliche Häufigkeit aufweisen. Beim ASPEN ist die  $N_2^+$ -Konzentration in der Nähe des Werkstückes geringer als beim Plasmanitrieren ohne aktives Gitter, dafür ist die Aktivität der  $N_2$ -Teilchen höher. Dennoch führen beide Verfahren zu ähnlichen Ergebnissen, wenn ähnliche Parameter gewählt werden [Aha07].

Durch das aktive Gitter kommen weitere Prozessparameter, wie die Gitterabmessungen oder der Abstand zum Gitter zu den üblichen Parametern hinzu. Beispielsweise fanden Ahangarania et. al bezüglich der Gitterabmessungen heraus, dass insbesondere die Lochgröße und die Art des Gitters (Lochblech oder Gewebe) einen Einfluss auf den Übergang der aktiven Spezies zum Werkstück und damit das Nitrierergebnis haben [Aha06].

Am Behandlungsgut kann zusätzlich eine Aktivierungsspannung (Bias-Spannung) angelegt werden, um die aktiven Spezies zur Bauteiloberfläche zu lenken. Die Bias-Spannung ist außerdem ein Regelparameter für die Verbindungsschichtbildung [Boe13]. Mit zunehmender Bias-Spannung nimmt auch die Dicke der Verbindungsschicht zu. Die Phasenzusammensetzung der Verbindungsschicht kann über den Prozessdruck beeinflusst werden. Die  $\gamma'$ -Phase entsteht bei niedrigem Prozessdruck, während bei höheren Prozessdrücken eher die  $\epsilon$ -Phase gebildet wird. Auch das Nitrocarburieren (unter Zugabe von bis zu 3 %  $CH_4$ ) und das Plasmaoxinitrieren (unter Zugabe von etwa 10 %  $CO_2$ ) sind mit dem aktiven Gitter möglich [Boe13].



### 2.1.6. Entstehung von Eigenspannungen beim Nitrieren

Eigenspannungen sind Spannungen, die innerhalb eines Bauteils ohne Einwirkung äußerer Kräfte oder Momente vorhanden sind. Diese Spannungen teilen sich in Druck- und Zugeigenspannungen auf, die miteinander im Gleichgewicht sind [Eck87]. Eine Nitrierbehandlung führt zu Druckeigenspannungen im Randbereich, die vor allem durch die Nitridbildung hervorgerufen werden [Spi98], [Gün04]. Es ist sinnvoll bei der Beurteilung des Eigenspannungszustandes zwischen der Verbindungsschicht und der Diffusionsschicht zu unterscheiden.

In der Verbindungsschicht entstehen Eigenspannungen durch die mit der Nitridbildung verbundenen Volumendehnungen, Stickstoffkonzentrationsgradienten innerhalb der Nitridphasen, thermische Dehnungen infolge unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten der Phasen, Ausscheidung von  $\gamma'$  beim Abkühlen und Porenbildung. Es können abhängig von der Phasenzusammensetzung (einphasig  $\gamma'$ , einphasig  $\varepsilon$  oder zweiphasig  $\gamma'/\varepsilon$ ) Druck- oder Zugeigenspannungen entstehen [Gün04].

In der Diffusionsschicht ergibt sich eine von der Oberfläche her abnehmende positive Volumenänderung, die mit zunehmender Diffusionsschichtdicke ansteigt. Dadurch bilden sich im Rand Druckeigenspannungen und im Auslaufbereich der Diffusionsschicht und im Kern Zugeigenspannungen [Oet89]. Im Gegensatz zur Verbindungsschicht hängt der Eigenspannungszustand der Diffusionsschicht sowohl von den Nitrierbedingungen als auch vom Werkstoff ab. Beim Nitrieren von reinem Eisen und unlegierten Stählen werden die maximalen Druckeigenspannungen durch die Gesamtstickstoffkonzentration bestimmt. Wegen der maximalen Stickstofflöslichkeit von 0,1 Masse-% sollten sie außerdem Werte von -250 MPa nicht übersteigen [Oet89]. Die beim Nitrieren von legierten Stählen verursachten Eigenspannungen werden im Wesentlichen bestimmt durch die Menge des gelösten Stickstoffs in der Matrix, die mit der Sondernitridbildung verknüpften Volumenänderungen, thermische Dehnung infolge unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten von Grundwerkstoff und Nitriden sowie durch die randnahe Kohlenstoffumverteilung [Gün04], [Oet91].

Die qualitativen Zusammenhänge zwischen Nitriereeigenspannungen und Nitriertemperatur und -dauer sowie der Konzentration an gelösten Sondernitridbildnern wurde von Oettel und Schreiber [Oet91] schematisch dargestellt (*Abbildung 9*). Mit fortschreitender Nitrierdauer nehmen zunächst die randnahen Eigenspannungen zu, bis die Sondernitridbildung abgeschlossen ist (*Abbildung 9a*). Die Tiefe der Druckspannungen nimmt ebenfalls mit steigender Nitrierdauer zu und folgt in erster Näherung einem Wurzel-t-Gesetz. Durch die während des Nitrierens ablaufende Entkohlung und die spannungsinduzierte Umverteilung von Zementit im Randbereich tritt ein Randabfall der Druckeigenspannungen auf, sodass das Spannungsmaximum nicht am Rand, sondern unter der Oberfläche liegt. Das Maximum der Druckeigenspannungen verlagert sich mit zunehmender Nitrierdauer ins Werkstückinnere [Oet89].

Die Höhe des Druckeigenspannungsmaximums nimmt mit steigender Nitriertemperatur durch abnehmende Relaxations- und Fließspannungen ab (*Abbildung 9b*). Außerdem verbreitert sich der Druckspannungsbereich mit steigender Temperatur. Der Einfluss der Entkohlung auf den Spannungsverlauf wächst, da dieser diffusionskontrollierte Prozess durch eine höhere Temperatur beschleunigt wird [Oet89], [Spi98].

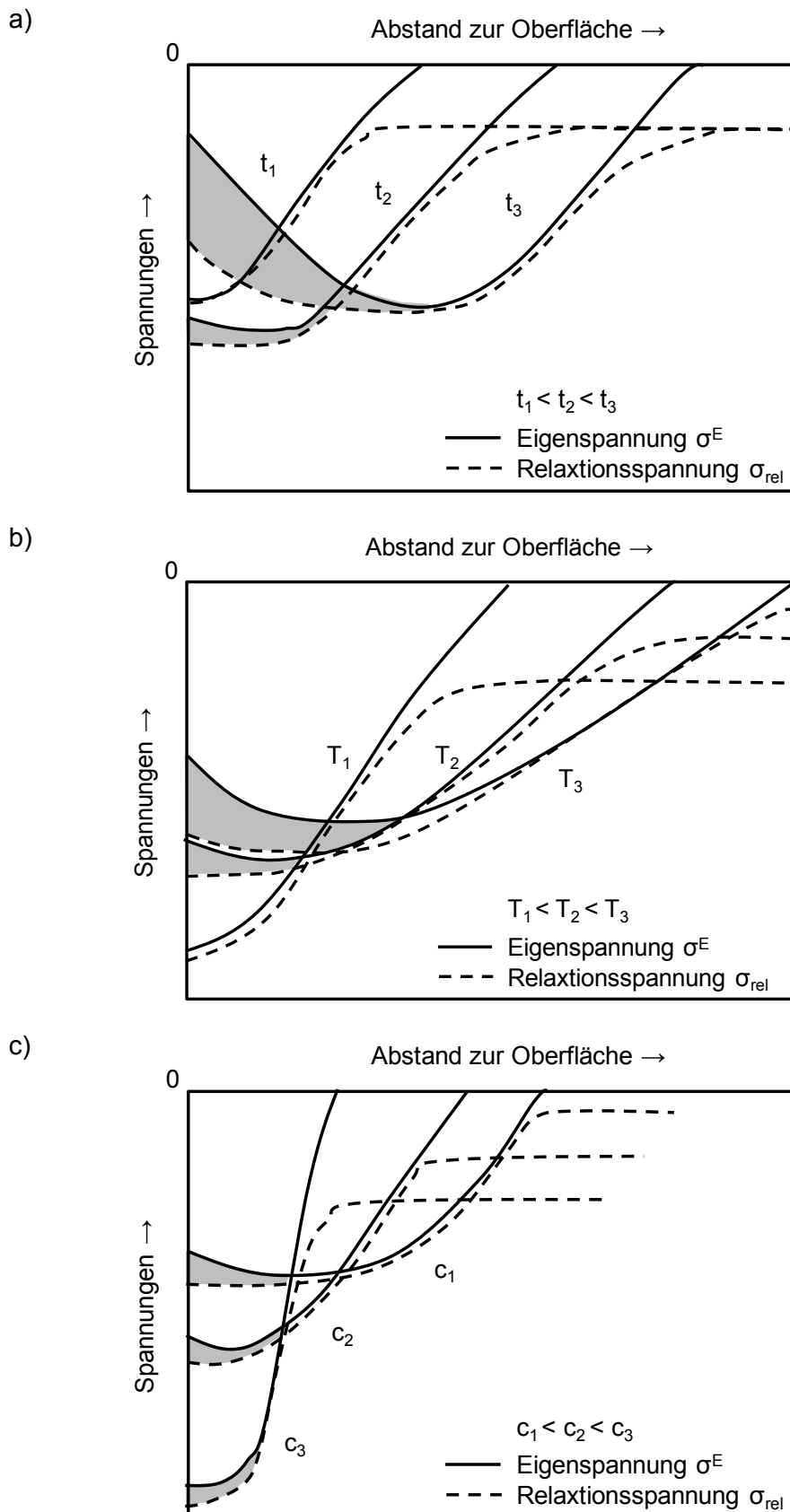


Abbildung 9: Abhängigkeit des Eigenspannungsverlaufs von a) der Nitrierdauer, b) der Nitriertemperatur und c) der Konzentration an gelösten Nitridbildnern [Oet91]

Mit steigender Konzentration an gelösten Nitridbildnern nehmen sowohl die Härte als auch die Volumendehnung und damit die Druckeigenspannungen zu (Abbildung 9c)). Auf die Tiefe

des Druckspannungsbereiches wirkt sich ein zunehmender Legierungsgehalt negativ aus [Oet89]. Da nur die im  $\alpha$ -Eisen gelösten Legierungselemente spannungs- und verfestigungswirksam sind, wird der Eigenspannungszustand auch durch den Gefügezustand beeinflusst [Gue04].

### 2.1.7. Eigenschaften nitrierter und nitrocarburierter Bauteile

Das Nitrieren bietet vielfältige Möglichkeiten, um das Gebrauchsverhalten von Bauteilen aus Eisenbasiswerkstoffen dem Beanspruchungsprofil anzupassen. Durch das Nitrieren und Nitrocarburieren können das Ermüdungs-, Verschleiß- und Korrosionsverhalten von Bauteilen verbessert werden. Der allgemeine Kenntnisstand zum beanspruchungsgerechten Nitrocarburieren ist in der *Tabelle 2* zusammengestellt.

Für das Verschleißverhalten sind abhängig von der Beanspruchung die Verbindungsschicht und/oder die Ausscheidungsschicht entscheidend. Die hohe Härte der Eisennitride und -carbonitride in der Verbindungsschicht bewirkt eine Erhöhung der Beständigkeit gegenüber abrasivem Verschleiß. Die hexagonale Struktur des  $\epsilon$ -Nitrids besitzt eine geringe Anzahl an Gleitsystemen, was zusammen mit der höheren Härte die flächenhafte Annäherung der Verschleißpartner bis auf atomare Abstände verhindert. Aus diesem Grund ist die Adhäsionsneigung bei  $\epsilon$ -Nitridschichten gering. Neben den Phasenanteilen innerhalb der Verbindungsschicht spielt die Mikrostruktur der Verbindungsschicht eine nicht unerhebliche Rolle; sowohl der Porenanteil als auch die Porenverteilung und -größe haben Einfluss auf das Verschleißverhalten. Abhängig von der Verschleißbeanspruchung zeigen einmal  $\gamma$ -Schichten bessere Verschleißigenschaften, ein anderes Mal dünne, leicht poröse  $\epsilon$ -Verbindungsschichten [Hof97], [Lie86].

Die Verschleißigenschaften der Ausscheidungsschicht kommen zum Tragen, wenn die darüber liegende Verbindungsschicht abgenutzt wurde. Durch Sondernitridausscheidungen besitzen die Ausscheidungsschichten höher legierter Stähle, wie z. B. Werkzeugstähle, eine hohe Härte und damit einen erhöhten Widerstand gegenüber Abrieb. Die Ausscheidungsschicht unterstützt außerdem die Verbindungsschicht gegen Verformung bei hoher Flächenbelastung [Lie06].

Das Festigkeitsverhalten nitrierter und nitrocarburierter Bauteile, welches sich immer als Verbundeigenschaft des Rand- und Kerngefüges ergibt, wird in unterschiedlicher Weise beeinflusst. Die Verfestigung der Nitrierschicht führt zu einer Versprödung der Werkstoffrandschicht. Die Versprödung nimmt mit zunehmendem Legierungsanteil des Werkstoffes und der damit zunehmenden Verfestigung zu. Die Zähigkeit und Duktilität der Nitrierschicht nehmen gegenüber dem Ausgangszustand ab. Insbesondere die Verbindungsschicht weist ein geringes Formänderungsvermögen auf und reagiert empfindlich auf Schlag und Stoß bei der Montage sowie auf Richtvorgänge [Hof86], [Lie06].

Das Nitrieren und Nitrocarburieren hat jedoch nicht nur negativen Einfluss auf das Festigkeitsverhalten. Nitrierte Bauteile zeichnen sich durch eine hohe Dauerfestigkeit, eine geringe Kerbempfindlichkeit und Unempfindlichkeit gegenüber der Oberflächenbeschaffenheit vor dem Nitrieren aus [Mai36], [Wie42]. Die Erhöhung der Schwingfestigkeit nitrierter Bauteile ist auf die Verfestigung der Randschicht und den Aufbau von Druckeigenspannungen zurückzuführen. Die Eigenspannungen können in ihrer Wirkung auf die Dauerfestigkeit einer Mittelspannung gleichgesetzt werden [Mac82]. Die Stabilität der Eigenspannungen gegenüber einem Spannungsabbau während der Beanspruchung nimmt

mit der Härte zu. Da der Betrag der Eigenspannungen von der Nitriertemperatur und –dauer abhängt, können hohe Druckeigenspannungen nur bei einer ausreichenden Warmfestigkeit der Nitrierschicht und niedrigen Nitriertemperaturen erzeugt werden (vgl. 2.1.6 *Entstehung von Eigenspannungen beim Nitrieren*). Die Wirkung von Eigenspannungen auf die Dauerfestigkeit nimmt mit der Festigkeit zu. Grenzen ergeben sich durch die abnehmende Zähigkeit und eine damit verbundene Zunahme der Oberspannungsempfindlichkeit [Lie06].

Beanspruchung	Verbindungsschicht		Ausscheidungsschicht, Diffusionsschicht
	Typ	Dicke ( $\mu\text{m}$ )	
Abrasion	$\varepsilon(\gamma')$ -ox, $\varepsilon(\gamma')$ , ohne CL	>10	untergeordnet hohe Randhärte
Adhäsion	$\varepsilon(\gamma')$ , $\gamma'$	>10	untergeordnet
flüssiger Metallangriff	$\varepsilon(\gamma')$ -ox	>10	untergeordnet
Kontaktermüdung	$\varepsilon(\gamma')$ , $\gamma'$ , ohne CL	<10	hohe Randhärte >600HV 0,1 Nht>0,35mm Tiefe der Randh. >0,15mm hohe Zähigkeit hohe Druck-ES
Tribooxidation	uneinheitlich		uneinheitlich
Korrosion	$\varepsilon(\gamma')$ -ox, $\varepsilon(\gamma')$	ca. 20	untergeordnet
Ermüdung	untergeordnet		große Nitrierhärte hohe Randhärte hohe Kernhärte hohe Zähigkeit hohe Druck-ES
Thermische Beanspruchung	t		hohe Randhärte > 1000HV0,1
Laufeigenschaften Reibkoeffizient			

Tabelle 2: Beanspruchungsgerechte Nitrocarburierschichten [Spi92b]

Die gegenüber dem unnitrierten Zustand erhöhte Korrosionsbeständigkeit nitrierter und nitocarburierten Bauteile aus un- und niedrig legierten Stählen ist auf die (geschlossene)

Verbindungsschicht zurückzuführen. Dabei spielt die Zusammensetzung dieser eine entscheidende Rolle: Die Korrosionsbeständigkeit nimmt in der Reihenfolge  $\gamma'$ -Nitrid,  $\epsilon$ -Nitrid,  $\epsilon$ -Carbonitrid zu. Durch eine Oxidation nach dem Nitrieren kann das Korrosionsverhalten weiter verbessert werden [Ebe99]. Bei austenitischen und ferritischen rostfreien Stählen führt das Nitrieren unter den üblichen Nitrierbedingungen zu einer Verschlechterung des Korrosionsverhaltens, da das für die Korrosionsbeständigkeit verantwortliche Chrom in der Ausscheidungsschicht abgebunden wird. Um die Verschleiß Eigenschaften dieser Stähle zu verbessern und gleichzeitig die Korrosionsbeständigkeit zu erhalten, muss die Nitrierbehandlung unter 450 °C durchgeführt werden, da in diesem Temperaturbereich die Bildung von Ausscheidungen, die zu einer Chromverarmung der Matrix führen, stark gehemmt ist [Spi02].

### 2.1.8. Nitrieren von Warmarbeitswerkzeugen

Warmarbeitswerkzeuge werden üblicherweise bei Temperaturen über 200 °C eingesetzt. Die Anforderungen an solche Werkzeuge ergeben sich aus der spezifischen Beanspruchung und sind im Allgemeinen eine hohe Anlassbeständigkeit, eine hohe Warmfestigkeit, ein ausreichender Verschleißwiderstand, eine hohe Zähigkeit, eine hohe Wärmeleitfähigkeit, eine geringe Warmrissempfindlichkeit, gute Gleiteigenschaften der Oberfläche und eine geringe Klebneigung [Lie06]. Ausgehend von den die Standmenge begrenzenden kritischen Belastungen finden sich in den Werkzeugwerkstoffen Kompromisse aus Warmfestigkeit, Zähigkeit, Verschleißwiderstand und Widerstand gegen thermische Ermüdung wieder.

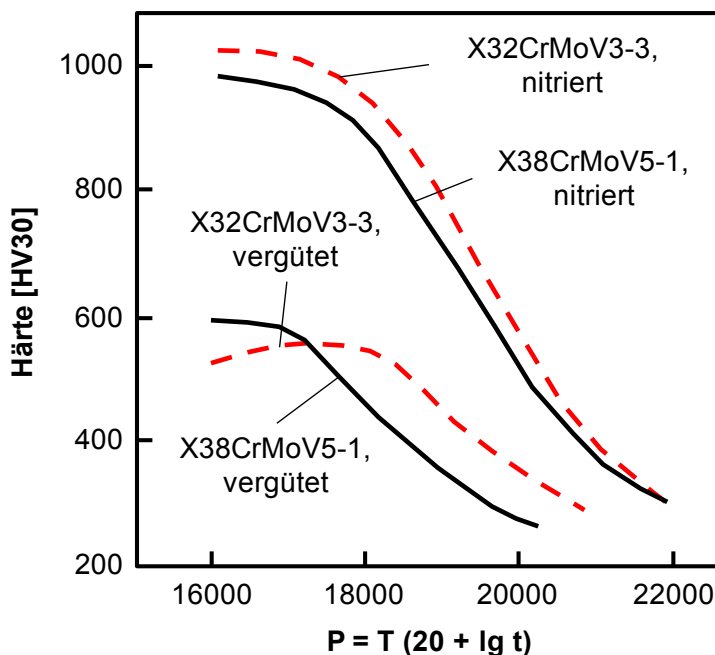


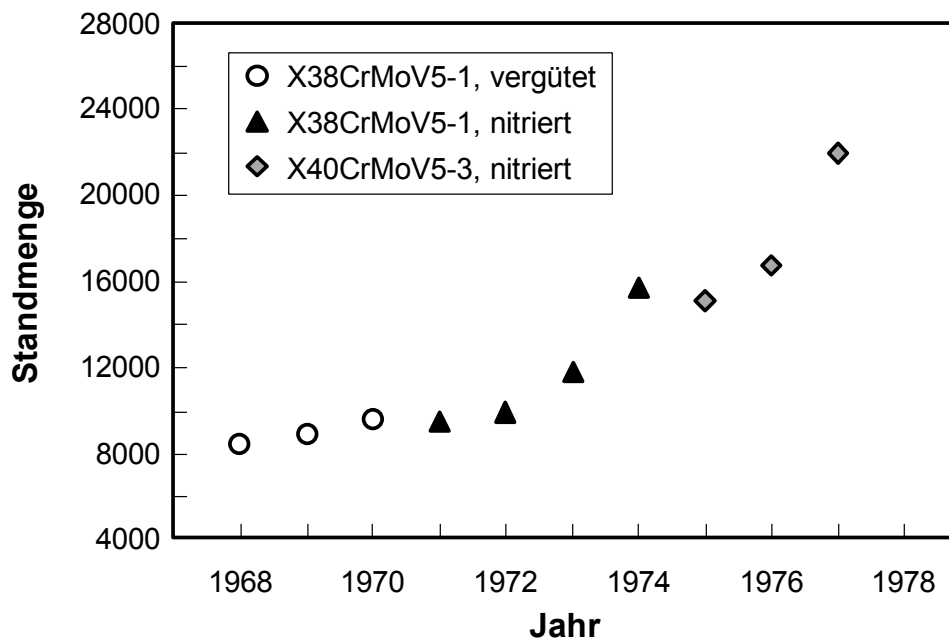
Abbildung 10: Anlassbeständigkeit der Warmarbeitsstähle X32CrMoV3-3 und X38CrMoV5-1 im unnitrierten und nitrierten Zustand [Spi98]

Durch das Nitrieren und Nitrocarburieren können die Eigenschaften der Werkzeuggrandschichten weiter optimiert werden. Nicht nur das Verschleißverhalten (vgl. 2.1.7 *Eigenschaften nitrierter und nitrocarburierter Bauteile*), sondern auch die Temperaturbeständigkeit wird durch das Nitrieren und Nitrocarburieren verbessert. Gleichzeitig bleibt die Zähigkeit im Kern weitgehend unbeeinflusst, sofern die Nitriertemperatur unterhalb der Vergütungstemperatur liegt. Die gegenüber dem unnitrierten

Werkstoff erhöhte Anlassbeständigkeit (*Abbildung 10*) und Warmfestigkeit der nitrierten Werkzeugrandzone sind auf die hohe Härte und die Druckeigenspannungen in der Diffusionsschicht zurückzuführen.

Werden in der Werkzeugrandzone im Einsatz Temperaturen erreicht, die oberhalb der Nitriertemperatur liegen, verändert sich die Nitrierschicht im Laufe der Zeit. Es findet eine Diffusion und Effusion des Stickstoffes statt, sodass sich das Konzentrationsprofil verändert. Deshalb kann es notwendig sein, die Werkzeuge nach einer gewissen Einsatzdauer erneut zu nitrieren [Lie06].

Die Nitrierschichten auf Warmarbeitswerkzeugen sind zwar sehr spröde und neigen, bedingt durch die thermischen und mechanischen Beanspruchungen während der Umformung, zur Rissbildung, jedoch liegen die mittleren Standmengen nitrierter Werkzeuge um ca. 40 % höher als bei nur vergüteten Werkzeugen [Klu09]. *Abbildung 11* veranschaulicht die Standmengensteigerung eines Schmiedegesenks aus der Automobilindustrie über einen Zeitraum von 10 Jahren [Spi13].



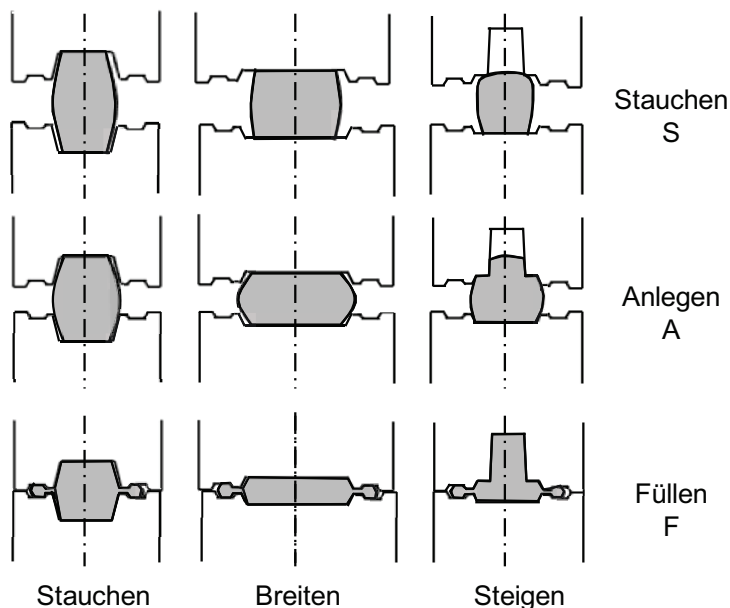
*Abbildung 11: Standmengenentwicklung eines in der Automobilindustrie eingesetzten Schmiedegesenks [Spi12]*

Aus *Abbildung 11* wird deutlich, dass das Nitrieren selbst ebenfalls Optimierungspotential beinhaltet. Beim Nitrieren von Warmarbeitswerkzeugen wird in der Regel nach dem Trial-and-Error-Prinzip vorgegangen, obwohl das Gas- und Plasmanitrieren insbesondere durch den Einsatz von Sensor- und Regelsystemen, aber auch durch wesentlich verbesserte Prozessführung in den letzten 20 Jahren erhebliche Fortschritte erzielt haben. Zusammen mit dem Wissen zum Verständnis der ablaufenden Mechanismen beim Nitrieren und Nitrocarburieren [Som11] ist es möglich, gezielt sehr unterschiedliche Randzustände einzustellen [Win10]. Allerdings können die thermodynamischen Phasendiagramme in der Literatur (*Abbildung 2* und *Abbildung 3*), die angeben, bei welchen Kennzahlen sich welche Verbindungsschichten im Gleichgewicht einstellen, nicht 1:1 verwendet werden, da sie keine Legierungselemente berücksichtigen. Für höher legierte Werkstoffgruppen sind daher Abweichungen möglich [Hoj10].

## 2.2. Warmmassivumformung

Allgemein wird als „Umformen“ das Ändern einer Form mit Beherrschung der Geometrie bezeichnet. Dabei wird unterschieden zwischen räumlich zu beschreibenden Rohteilen, bei deren Umformung der Stoff bei teils sehr großen Querschnitts- und damit auch Wanddickenänderungen in alle Raumrichtungen verteilt wird (Massivumformung), und „flächenähnlichen“ Rohteilen, aus denen Hohlteile mit konstanter Wanddicke erzeugt werden (Blechumformung) [Lan88]. Der Begriff Massivumformung umfasst die Verfahren: Walzen, Gesenkschmieden, Kaltumformung, Fließpressen, Schmieden, Stauchen und Strangpressen. Abhängig von der Umformtemperatur wird von Warmumformen (oberhalb der Rekristallisationstemperatur, 950-1250 °C), Halbwarmumformen (750–950 °C) und Kaltumformen (Raumtemperatur, Erwärmung durch Umformenergie auf bis zu 150 °C) gesprochen.

Beim Gesenkschmieden werden Metalle spanlos bei höheren Temperaturen umgeformt. Zu den Verfahren des Gesenkschmiedens im engeren Sinne zählen das Formpressen mit Grat, das Formpressen ohne Grat und das Anstauchen im Gesenk. In der industriellen Praxis ist das vorherrschende Verfahren das Formpressen mit Grat, da es in der Massenfertigung schwierig ist, Zwischenformen so genau herzustellen und zu positionieren, dass ohne Grat geschmiedet werden kann. Der Werkstofffluss wird beim Gesenkschmieden durch das Werkzeug erzwungen. *Abbildung 12* zeigt die drei Grundvorgänge Stauchen, Breiten und Steigen, die fließend ineinander über gehen.



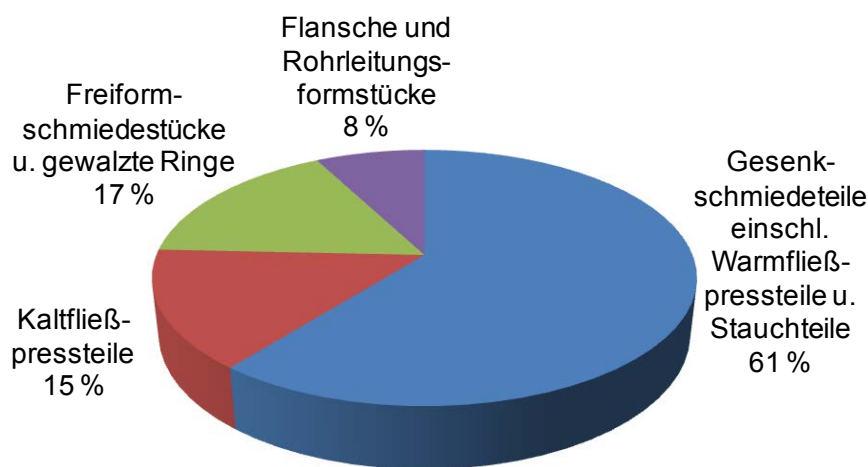
*Abbildung 12: Vorgänge beim Füllen von Schmiedegravuren [Lan88]*

Jedes Formpressen mit Grat beginnt und endet mit Stauchen, wobei der nach der Füllung der Gravur übrige Stoff durch den Gratspalt verdrängt wird. Das Füllen einer Gravur lässt sich in folgende Abschnitte gliedern:

- freies Stauchen,
- geführtes Stauchen,
- Gratbildung und Steigen in Gravurhohlräume,
- Kantenfüllen,
- Nachstauchen.

Der Werkstofffluss in Schmiedegesenken ist abhängig von der Gravurform, der Gratspaltgeometrie, der Gestalt der Ausgangs- bzw. Zwischenform und dem Verhältnis von Zwischenform- zu Gravurvolumen. Durch die Beeinflussung der drei letztgenannten Parameter kann der Stofffluss gelenkt werden [Lan88]. Der Werkstofffluss kann experimentell durch Modellversuche oder durch numerische Berechnungen ermittelt werden.

Schmiedeteile aus Stahl werden hauptsächlich an hochbeanspruchten Stellen im Antriebs- und Fahrwerksbereich nahezu aller Fahrzeuge eingesetzt [Bar04]. Sie zeichnen sich durch ihre überlegenen Werkstoffeigenschaften, die hohe Prozesssicherheit bei ihrer Fertigung und ihre gute Prüfbarkeit aus. Im Jahr 2014 wurden in Deutschland 2,8 Mio. Tonnen Schmiedeteile produziert. Das entspricht 2 Milliarden umgeformter Teile. Die Produktion von Gesenkschmiedeteilen dominiert deutlich im Vergleich zu den anderen Verfahren (*Abbildung 13*).



*Abbildung 13: Produktionsvolumen der deutschen Schmieden im Jahr 2014 [IDS10]*

Ein wichtiger Faktor für die wirtschaftliche Herstellung von Schmiedeteilen ist die Standmenge der Werkzeuge, also die Anzahl der Teile, die bis zum Ausfall der Gravur pro Werkzeug umgeformt werden. Neben den direkten Herstellungskosten, die etwa 10 % der Kosten des Schmiedestücks ausmachen, führen die Rüst- und Einrichtungszeiten für ausfallbedingte Werkzeugwechsel zu einer weiteren Kostenbelastung, die einen Anteil von 20 % am Produkt ausmacht. Eine Steigerung der Gesenkstandmenge führt also zu einer erheblichen Kosteneinsparung und es ergibt sich eine höhere Fertigungssicherheit.

### **2.2.1. Beanspruchungsarten von Schmiedegesenken**

Die thermische und mechanische Beanspruchung beeinflussen die Veränderungen der Werkzeugoberfläche und –randschicht am stärksten [Bar04]. Die Wärmebeanspruchung setzt sich zusammen aus der Wärmedauerbelastung durch die Werkzeuggrundtemperatur, welche ein Gleichgewicht aus der beim Schmieden eingebrachten Energie und der zwischen zwei Schmiedezyklen abgeführten Energie darstellt, der hohen thermischen Belastung des oberflächennahen Bereichs durch die kurzzeitigen Temperaturspitzen während der Druckberührung und der thermischen Wechselbelastung, dargestellt in *Abbildung 14*.



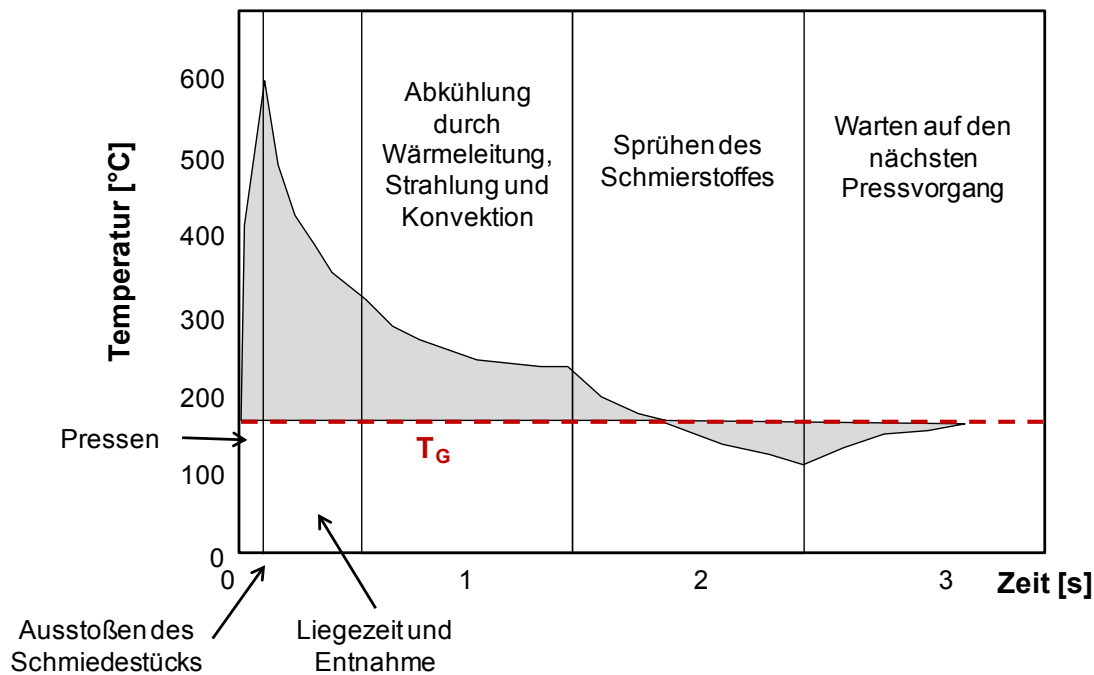


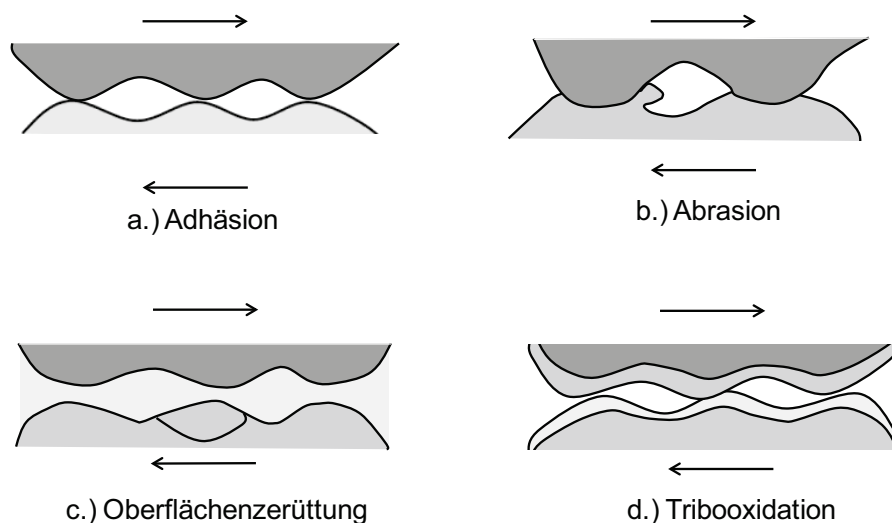
Abbildung 14: Thermische Belastung während eines Schmiedezyklus [Bar04]

Die Grundtemperatur wird neben der Menge der eingebrachten und abgeführten Energie maßgeblich durch die Taktzeit beeinflusst. Beim Untergesenk sind außerdem die Liegezeiten des Teils in der Gravur von Bedeutung. Bei konventioneller Schmierung erreichen Schmiedegesenke Grundtemperaturen von 200 °C bis 350 °C. Die Temperatur im oberflächennahen Bereich wird von zahlreichen Faktoren wie Werkzeugwerkstoff, Werkzeuggrundtemperatur, Werkstückwerkstoff, Werkstücktemperatur, Schmierstoff, Kontaktnormalspannung, Druckberührzeit und Relativbewegung zwischen Schmiedestück und Werkzeug bestimmt. Die Spitzentemperaturen können örtlich die Anlasstemperatur des Werkzeugwerkstoffes übersteigen und sogar zu einer erneuten Austenitisierung der äußersten Randzone führen [Bar04]. Der Temperaturanstieg an der Kontaktfläche ist umso höher, je größer die Differenz zwischen den Ausgangstemperaturen von Schmiedegut und Werkzeug ist [Pan04]. Die thermische Wechselbelastung entsteht durch den ständigen Wechsel zwischen der nur wenige Millisekunden andauernden Aufheizung der Randzone während der Druckberührung und der schnellen Abkühlung durch das verhältnismäßig kalte Grundmaterial und die Kühlschmierung. Obwohl diese Temperaturänderungen auf den Randbereich des Gesenks beschränkt sind, sind sie für dessen Verhalten entscheidend, da die maximale Belastung an der Gravuroberfläche erfolgt [Bar04].

Die mechanische Beanspruchung von Schmiedegesenken variiert örtlich und zeitlich. Zu Beginn des Schmiedevorganges muss zumindest die Fließspannung aufgebracht werden, mit zunehmender Gravurfüllung steigt die aufzubringende Spannung auf das zehn- bis zwölfwache an [Bar04]. Die beim Umformvorgang maximal entstehende Spannung (Umformspannung) verursacht radiale und tangentielle Dehnungen sowie axiale Stauchungen im Gesenk [Pan04]. Die höchsten Vergleichsspannungen treten in Hohlkehlen und Außenradien auf, da dort die axialen Stauchungen durch Längenänderungen infolge Biegung überlagert werden [Bar04]. Dies führt zu starken Zugspannungen in diesen Bereichen. Die tatsächlich im Werkzeug vorliegenden Spannungen ergeben sich durch die Überlagerung von mechanischer und thermischer Beanspruchung. Hohe thermische Druckspannungen, die am Ende der Druckberührzeit entstehen, kompensieren die

mechanischen Zugspannungen im Kerbgrund von Hohlkehlen teilweise und verringern so die Gefahr einer mechanischen Rissbildung [Pan04].

Tribologische Beanspruchungen werden durch Relativbewegungen zwischen dem Schmiedegesenk und dem sich plastisch verformenden Werkstück hervorgerufen. Das Tribosystem beim Gesenkschmieden ist sehr ungünstig, da die hohe Temperatur des Schmiedeguts die Zunderbildung und die Adhäsionsneigung begünstigt. Hinzu kommt, dass sich durch die plastische Verformung des Werkstücks permanent neue reaktionsfähige Oberflächen ausbilden [Pan04]. In der Kontaktzone zwischen Werkzeug und Schmiedestück bewirken dabei die in *Abbildung 15* dargestellten grundlegenden Verschleißmechanismen Abrasion, Adhäsion, Reiboxidation und Oberflächenzerrüttung das Lostrennen kleiner Teilchen aus der Werkzeugoberfläche.



*Abbildung 15: Verschleißmechanismen gegeneinander bewegter Körper [Bar04]*

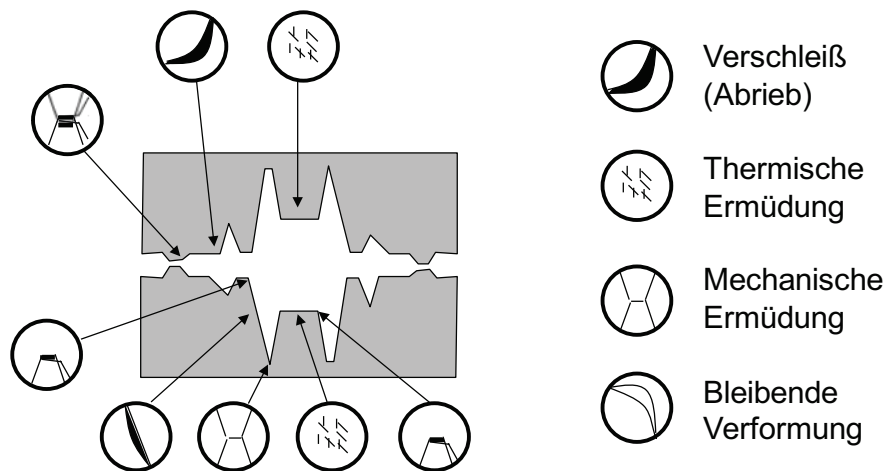
Die aus harten Zunderpartikeln, Schmierstoff, Schmierstoffrückständen und Abriebteilchen von Werkzeug und Werkstoff bestehende Zwischenschicht beeinflusst die ablaufenden Vorgänge maßgeblich. In Abhängigkeit von Werkzeuggeometrie, Schmierungszustand, Reibpartnern und den herrschenden Drücken zwischen Werkstück und Werkzeug treten zum Teil sehr unterschiedliche Reibungszustände auf [Bar04]. Die Wirkung der Reib- und Verschleißvorgänge lässt sich an den Werkzeugen durch Veränderung der Maße formgebender Elemente nachweisen. Sie kann nach Ausbau der Werkzeuge an diesen selbst oder prozessbegleitend an Werkstücken gemessen werden [Bar04].

Eine chemische Beanspruchung entsteht durch die aufgrund der hohen Temperaturen gesteigerte Reaktivität der Werkzeugoberfläche. Als Beispiele sind Oxidationsvorgänge und chemische Reaktionen mit der Zwischenschicht zu nennen [Bar04].

### **2.2.2. Entstehung von Werkzeugschädigungen**

Mit 70 % ist der Verschleiß der thermisch, mechanisch und tribologisch am höchsten beanspruchten Gravurbereiche die häufigste Ausfallursache von Schmiedegesenken. Daneben kommt es zu mechanischer und thermischer Rissbildung sowie zu plastischer Verformung des Werkzeugmaterials. Die Schadensarten variieren je nach Beanspruchung in

den unterschiedlichen Gravurbereichen und treten in der Regel immer in einer Kombination auf (vgl. *Abbildung 16*).



*Abbildung 16: Schadensarten in Schmiedegesenken [Lui90]*

Je nach Beanspruchungsart entwickeln sich an verschiedenen Stellen der Gravur unterschiedliche Schädigungen. Verschleiß tritt bei Schmiedegesenken bevorzugt an Außenradien auf, da dort bei hohen Flächenpressungen größere Mengen Werkstückwerkstoff mit hoher Relativgeschwindigkeit über die Werkzeugoberfläche gleiten und gleichzeitig ein hoher Wärmeübergang stattfindet [Bar04]. Es sind folgende Arten von Verschleiß zu unterscheiden:

- Kantenverschleiß,
- Auswaschungen (Kolkverschleiß),
- Riefen (Linienverschleiß).

Die wesentliche Ursache des Verschleißes liegt im Festigkeitsverlust des Werkzeugwerkstoffes in der Randschicht, der durch die thermische Belastung während der Druckberührzeit entsteht. Bereits nach dem ersten Schmiedezyklus kann eine Neuhärtungszone in der äußersten Randschicht beobachtet werden, an die sich ein Bereich mit niedrigerer Festigkeit anschließt, da die thermische Belastung während des Schmiedens die Anlasstemperatur übersteigt. Durch diesen Festigkeitsverlust wird der Werkstoffabtrag erleichtert. Verschiedene Untersuchungen ergaben, dass die für das Unbrauchbarwerden der Gesenke verantwortlichen Vorgänge eine Wirtiefe von 300 bis 500 µm von der Oberfläche erreichen [Bar04].

Der Werkstoffabtrag erfolgt über die vier in *Abbildung 15* dargestellten Verschleißmechanismen Adhäsion, Abrasion, Oberflächenzerrüttung und tribochemische Reaktion – einzeln oder in Kombination. Adhäsionsverschleiß entsteht beim Gesenkschmieden durch lokale Mikroverschweißungen von Schmiedegut und Werkzeug und deren anschließender Trennung in Form eines Bruchvorgangs. Da der Bruchvorgang aufgrund der örtlichen Verfestigung nicht direkt in der Kontaktfläche, sondern etwas unterhalb der Oberflächen von Werkzeug oder Schmiedestück erfolgt, kann beim Adhäsionsvorgang sowohl Material auf die Werkzeugoberfläche auf- als auch von ihr abgetragen werden. Abrasion erfolgt beim Gesenkschmieden hauptsächlich durch harte Zunderpartikel. Der größte abrasive Verschleiß ist an Kantenrundungen anzutreffen, da hier die intensivste Relativbewegung zwischen Werkstück und Werkzeug stattfindet. Die

Oberflächenzerrüttung zeichnet sich beim Gesenkschmieden durch eine aufgrund von zyklischer Belastung verursachte Rissbildung und –ausbreitung an der Werkzeugoberfläche aus. Thermische Zug-Druck-Wechselspannungen können ebenfalls Oberflächenzerrüttung bewirken. Die Bereitschaft zur tribochemischen Reaktion zwischen den Verschleißpartnern wird durch die permanente thermische und mechanische Aktivierung beim Schmieden begünstigt. Durch Abplatzen der meist spröden Reaktionsprodukte ergibt sich neben einem fortschreitenden chemischen Verschleiß ein zusätzlicher abrasiver Verschleiß durch die Reaktionsprodukte [Pan04].

In flächigen Bereichen tritt in der Regel eine Schädigung durch thermische Ermüdung auf, was sich durch Ausbildung eines Netzwerkes von Rissen äußert, die ideale Ausgangspunkte für weitere Werkzeugschädigungen sein können. Die Entstehung dieses Rissnetzwerkes ist durch die Spannungen und Plastifizierungen zu erklären, die durch unterschiedliche Ausdehnung der Gesenkbereiche mit unterschiedlichen Temperaturen entstehen. Der Widerstand gegen thermische Ermüdung (und damit gegen Wechselrissbildung) resultiert im Wesentlichen aus dem Zusammenwirken der Werkstoffeigenschaften Warmstreckgrenze, Warmfestigkeit, Anlassbeständigkeit, Zähigkeit und Wärmeleitfähigkeit [Bar04]. Temperaturwechselrisse sind nicht mit den sogenannten Warmrissen identisch. Warmrisse entstehen rein mechanisch bedingt beim Überschreiten der Warmzugfestigkeit des Werkzeugwerkstoffes am Ende der Druckberührung, während Temperaturwechselrisse in der Abkühlphase nach dem Schmieden initiiert werden [Pan04].

Mechanische Ermüdung kann beim Gesenkschmieden auf zwei Arten entstehen. Ein Dauerbruch stellt sich über einen längeren Zeitraum im Schmiedebetrieb ein, während ein Gewaltbruch kurzfristig bei einem einzigen Schmiedezyklus stattfindet. Mechanische Ermüdung tritt heutzutage nur noch bei fahrlässigen Einbaufehlern, falscher Vorwärmung des Schmiedeguts oder den Einsatz von zu hohen Schmiedekräften auf [Pan04].

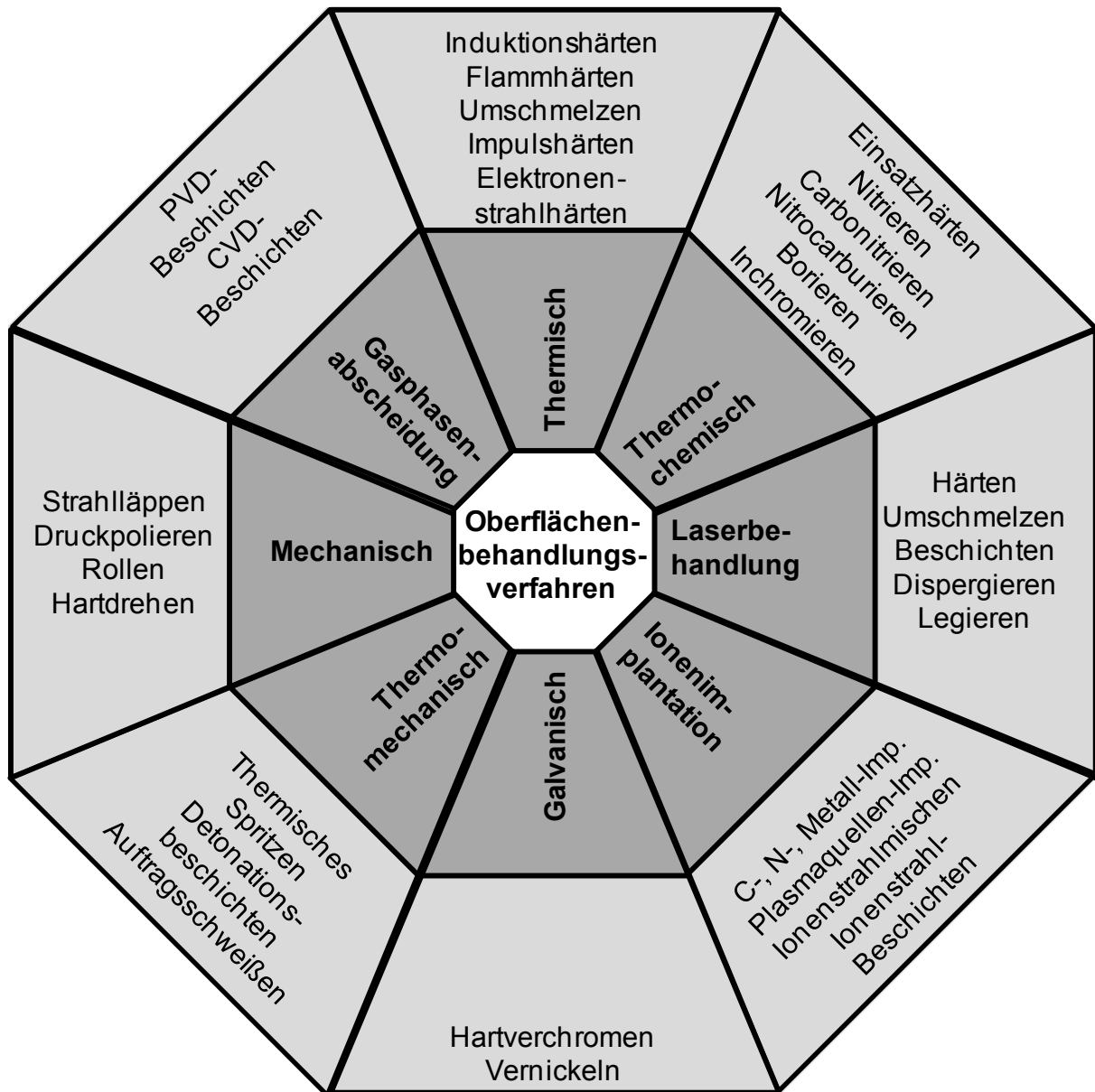
Plastische Verformung tritt bei Überschreitung der Fließgrenze des Werkzeugwerkstoffes auf und tritt meistens an Stellen mit hoher Temperatur- und Druckbelastung auf. Die dort auftretenden hohen Spitzentemperaturen können zur permanenten Entfestigung der Werkstoffoberfläche führen. In Kombination mit hohen Umformdrücken kann es zum Eindrücken von Werkzeugwerkstoff in die Werkzeugoberfläche kommen [Pan04].

### **2.2.3. Maßnahmen zur Werkzeugstandmengenerhöhung**

Die Lebensdauer von Schmiedegesenken wird von dem Zusammenwirken einer Vielzahl an Faktoren beeinflusst. Auf der Werkstückseite spielen die Oberflächenbeschaffenheit des Werkstückes, die zulässigen Toleranzen sowie die Fließspannungen des umzuformenden Werkstoffes eine Rolle. Auf der Werkzeugseite sind der Werkzeugwerkstoff, die Werkzeugauslegung und die Werkzeugtemperatur von Bedeutung. Auch die Kontaktzone zwischen Werkstück und Werkzeug und die Umformmaschine spielen eine wichtige Rolle. Um eine Aussage über die Lebensdauer von Schmiedegesenken zu treffen, muss deshalb stets der Gesamtzusammenhang betrachtet werden. Dennoch stellt die Optimierung einzelner Einflussfaktoren eine wichtige Möglichkeit dar, die Standmenge von Schmiedegesenken zu erhöhen [Bar04].

## Oberflächenbehandlung

Da bei der Warmumformung nur die äußerste Randschicht den hohen thermischen, abrasiven und adhäsiven Beanspruchungen unterliegt, bietet es sich an, nur die Oberflächeneigenschaften der Beanspruchung anzupassen. Eine Übersicht über die gebräuchlichsten Oberflächenbehandlungsverfahren zur Optimierung des Werkzeuges gibt *Abbildung 17*.



*Abbildung 17: Gebräuchliche Oberflächenbehandlungsverfahren für Werkzeuge [Pan04]*

Für die Verbesserung der Werkzeugoberflächen gibt es zwei Strategien:

1. Randschichtmodifikation
2. Aufbringen einer Beschichtung

Die Randschichtmodifikation umfasst alle Verfahren, bei denen die verschleißfesten Schichten ganz oder teilweise in der Oberfläche des Grundwerkstoffs selber erzeugt werden. Die Veränderung der Randschicht kann durch Verformung (mechanisch),

Gefügeumwandlung (thermisch) oder Änderung der chemischen Zusammensetzung (thermochemisch/Ionenimplantation) erfolgen. Bei den thermochemischen Oberflächenbehandlungen sind neben dem Nitrieren und Nitrocarburieren das Borieren, das Einsatzhärten, das Carbonitrieren und das Inchromieren zu nennen [Bar04] [Pan04].

Durch Aufbringung von keramischen Schichten auf die Werkzeuge aus Warmarbeitsstahl wird die Widerstandsfähigkeit dieser gegen abrasiven Verschleiß erhöht. Monolagenschichten neigen jedoch in verschleißkritischen Bereichen zu Abplatzungen und Rissbildung. Viellagensysteme wie z. B. TiN-TiCN-TiC weisen gegenüber Monolagenschichten folgende Vorteile auf:

- Energieverzehrung an inneren Grenzflächen,
- Rissablenkung an Phasenübergängen,
- Schichtabstützung durch benachbarte Lagen,
- Spannungsrelaxation durch gestapelten Aufbau.

In den meisten Fällen wird das Werkzeug vor der Beschichtung nitriert, um einen kontinuierlichen Härteübergang zwischen Beschichtung und Grundwerkstoff zu gewährleisten. Die Anwendung von keramischen Beschichtungen und Hartstoffschichten hat sich bisher nicht industriell etabliert [Bar04].

### Zunderarmes Schmieden

Bei der konventionellen Erwärmung der Rohteile auf Umformtemperatur im Kammerofen tritt eine Oxidation der Oberflächen ein. Die dadurch entstehende Zunderschicht hat einen maßgeblichen Einfluss auf die Vorgänge in der Wirkfuge zwischen Werkzeug und Schmiederohteil. Durch ein Erwärmen unter Schutzgas und eine Verkürzung der Erwärmungszeit kann die Dicke der Zunderschicht reduziert werden, sodass weniger abrasives Medium in der Wirkfuge vorliegt. Zunderarmes Schmieden führt jedoch zu einer Erhöhung der Temperatur an der Gesenkoberfläche [Bar04].

### Gesenkschmierung

Die technologisch wirksamsten Schmierstoffe in der Warmmassivumformung sind graphithaltig, sodass die Schmiedemaschinen, Anlagen und Bediener in den Schmiedebetrieben durch schwarzes Aussehen gekennzeichnet sind. Der Einsatz der als Ersatz entwickelten graphitfreien (weißen) Schmierstoffe ist jedoch mit zum Teil gravierenden Standmengeneinbußen verbunden, insbesondere dann, wenn der Werkstückwerkstoff lange Fließwege zurücklegen muss [Bar04].

Die Gesenkschmierung mittels elektrostatischer Aufladung ermöglicht eine Einsparung von Schmiermittel und eine Verringerung der Arbeitsplatzverschmutzung. Beim Schmieden von Aluminiumlegierungen führt der Einsatz dieser Technik zu einer besseren Qualität der Schmiedeteile sowie zu einer erhöhten Werkzeugstandmenge. Das Schmierstoffpulver wird aus einem Reservoir mit Hilfe eines Luftstroms an einer Hochspannungselektrode vorbeigeleitet und dabei elektrostatisch aufgeladen. Die geerdeten Gesenke besitzen relativ zum Pulver ein gegensätzliches elektrisches Potential, sodass die Pulverpartikel auf die Gesenkoberfläche gezogen werden. Aufgrund der Bündelung der elektrischen Feldlinien an Außenradien wird dort in erhöhtem Maße Schmierstoffpulver abgeschieden, sodass diejenigen Bereiche einen höheren Pulverauftrag erhalten, die einem stärkeren abrasiven Verschleiß unterliegen als die übrigen Gesenkbereiche. Dieses Verfahren bietet neben einer

Standmengenerhöhung auch ökologische und ökonomische Vorteile, da überschüssiges Schmierstoffpulver wieder in den Prozess eingeführt werden kann. Bezüglich Verschleiß und Formfüllung der Gesenke liefert die elektrostatische Gesenkschmierung vergleichbare oder sogar bessere Ergebnisse als herkömmliche Kühlschmiervverfahren [Bar04].

#### Senkung der thermischen Beanspruchung

Um die thermische Belastung von Schmiedegesenken zu reduzieren, kann die Gesenkoberfläche nach dem Schmiedevorgang mit Wasser gekühlt werden, um die Gesenkgrundtemperatur herabzusetzen. Die Werkzeugtemperatur kann über zusätzliche Kühlkanäle im Werkzeug und einen wasserbasierten Schmierstoff weiter gesenkt werden. Die Senkung der thermischen Belastung der Gesenkoberflächen durch intensive Wasserkühlung vermindert die Gefügeschädigung und damit den Verschleiß erheblich [Bar04].

#### Neue Gesenkwerkstoffe

Gesenkeinsätze aus Keramiken und Hartmetallen bergen wegen ihrer hohen (und bei erhöhten Temperaturen nahezu gleich bleibenden) Härte und Verschleißbeständigkeit ein großes Potential bei der Erhöhung der Standmenge von Schmiedegesenken. Die Anwendung ist jedoch noch nicht industriell etabliert, da diese Werkstoffe andere Nachteile wie z. B. eine geringe Zugfestigkeit mit sich bringen [Bar04].

### **3. Untersuchungsmethoden**

Das Nitrierergebnis kann visuell, metallografisch, physikalisch-chemisch und technologisch beurteilt werden. In der vorliegenden Arbeit wurden zur Charakterisierung der Nitrierschicht neben der Gefügebeurteilung und Härtemessung am metallografischen Querschliff Elementtiefenverläufe mittels GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) standardmäßig eingesetzt. Ergänzend wurde in einigen Fällen die Rasterelektronenmikroskopie und Elektronenstrahl-Mikroanalyse (EDX) herangezogen. Die Eigenspannungen ausgewählter Randschichten wurden mittels Röntgenografie bestimmt.

#### **3.1. Mikroskopische Methoden**

##### **3.1.1. Lichtmikroskopie**

Die Beurteilung der Verbindungsschicht (CL=Compound Layer) und des Porensaumes erfolgte am metallografischen Querschliff. Anhand eines metallografischen Querschliffes der behandelten Proben können Aussagen über die Morphologie, Dicke, Ausbildung und Struktur der Verbindungsschicht und teilweise auch der Diffusionsschicht getroffen werden. Darüber hinaus können Hinweise über die Phasenverteilung gewonnen werden, da die Eisennitride  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N und  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N ein unterschiedliches Ätzzverhalten zeigen.

Alle Schliffe wurden mit Nital (alkoholische HNO<sub>3</sub>-Lösung) geätzt und die Bilder in 1000-facher Vergrößerung aufgenommen. Die Nital-Ätzung ist das gängigste Ätzverfahren für nitrierte Werkstoffe und erlaubt, die Güte und Dicke der Verbindungsschicht und teilweise auch der Diffusionsschicht zu beurteilen. Die Bestimmung der Verbindungsschichtdicke (CLT=Compound Layer Thickness) der nitrierten und nitrocarburierten Scheibenproben erfolgte in Anlehnung an die AWT-Prüfvorschrift [Huc08] durch Ausmessen an zehn Stellen auf drei verschiedenen Schliffbildern in 1000-facher Vergrößerung und anschließender Mittelwertbildung. Das Ausmessen der Dicke des Porensaums (CLT<sub>p</sub>) erfolgte analog am ungeätzten Querschliff.

##### **3.1.2. Rasterelektronenmikroskopie**

Ein großer Vorteil des Rasterelektronenmikroskops gegenüber dem Lichtmikroskop ist seine um den Faktor 100-1000 größere Tiefenschärfe. Bei einer Vergrößerung von 100 hat das Lichtmikroskop eine Tiefenschärfe von etwa 2  $\mu$ m, das REM hat bei derselben Vergrößerung eine Tiefenschärfe von 1 mm. Die Rasterelektronenmikroskopie wurde daher bei der Charakterisierung des Vergütungsgefüges und in Einzelfällen angewandt, wenn eine höhere Vergrößerung notwendig war. Bei der Rasterelektronenmikroskopie wird ein feiner Elektronenstrahl rasterförmig über die zu untersuchende Probe bewegt. Die einfallenden Primärelektronen regen die Probe zur Abgabe von Sekundärelektronen an, die zusammen mit den zurückgestreuten Elektronen des Primärstrahls in den Detektor gelangen. Mit dem Detektorausgang wird die Helligkeit einer synchron zur Abtastung geschalteten Bildröhre gesteuert. Neben dem Elektronendetektor kann auch der Probenstrom oder ein energiedispersiver Röntgendetektor zur Helligkeitssteuerung der Bildröhre genutzt werden [Goe94].

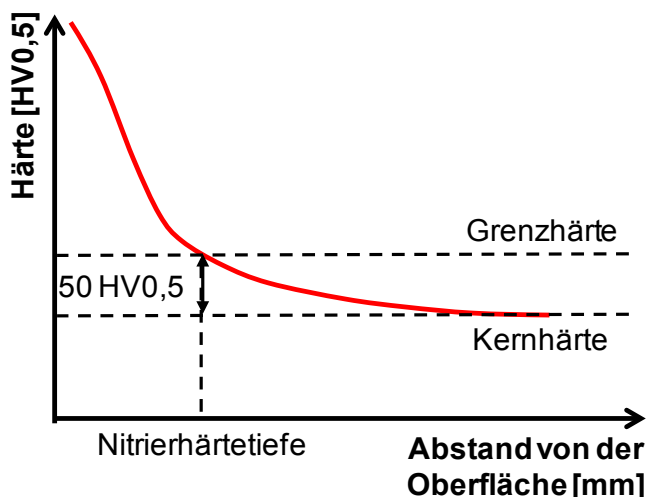


### 3.1.3. Elektronenstrahl-Mikroanalyse (EDX)

Die Elektronenstrahl-Mikroanalyse (kurz: Mikrosonde) ermöglicht die qualitative und quantitative Bestimmung aller chemischen Elemente mit einer Ordnungszahl größer als fünf in Feststoffen. Das Prinzip der Mikrosonde beruht auf der Anregung der Elemente durch einen Elektronenstrahl. Wenn die angeregten Elektronen wieder in den Grundzustand zurückkehren, wird die Energiedifferenz als Röntgenstrahlung frei und kann mit Hilfe von Kristallspektrometern oder Halbleiterdetektoren gemessen werden. Die charakteristische Röntgenstrahlung, die bei EDX detektiert wird, entstammt einer Streubirne um den Primärstrahl, die unabhängig von der Primärenergie der Elektronen immer eine Ausdehnung von ca. 1  $\mu\text{m}$  hat. Deshalb erhält man bei der EDX-Analyse immer die Information aus 1  $\mu\text{m}$  Tiefe. EDX-Spektren können nicht nur qualitativ, sondern auch quantitativ aufgenommen werden. Die Konzentrationen ergeben sich nach der sogenannten ZAF-Korrektur (Z=Ordnungszahl, A=Absorption, F=Fluoreszenz) aus den Intensitäten der gemessenen Probe im Vergleich zu einer Standardprobe, die das gleiche Element enthält [Goe94]. Die Mikrosonde wurde nicht standardmäßig, sondern als ergänzende Untersuchungsmethode bei der Charakterisierung der Werkzeugschädigungen eingesetzt.

### 3.2. Härteprüfung

Zur weiteren Charakterisierung der Nitrierschichten wurde nach Vickers (HV0,5) ein Härteverlauf am metallografischen Querschliff gemessen. Aus den Härteverläufen wurde die Nitrierhärtetiefe (NHD) bestimmt. Diese ist ein kennzeichnendes Merkmal für die Randschichthärte von nitrierten und nitrocarburierten Werkstoffen und ist nach DIN 50190 Teil 3 der senkrechte Abstand von der Oberfläche eines nitrierten Werkstückes, bei dem die Härte (Grenzhärte) um 50 HV über der Kernhärte liegt (vgl. *Abbildung 18*). Die Nitrierhärtetiefe ist ein Kennwert für die Stickstoffeindringtiefe, jedoch nicht mit ihr identisch. Anhand der Nitrierhärtetiefe kann die Dicke der Diffusions- bzw. Ausscheidungsschicht abgeschätzt werden.



*Abbildung 18: Bestimmung der Nitrierhärtetiefe aus dem Härteverlauf am metallografischen Querschliff [DIN50190]*

Die Kernhärte der vergüteten und nitrierten Proben wurde ebenfalls nach Vickers in HV0,5 gemessen. Da in der Praxis die Härte häufig in Rockwell angegeben wird, wurde zusätzlich an ausgewählten Proben die Härte in HRC gemessen.

### 3.3. Glimmentladungsspektroskopie

Mit Hilfe der Glimmentladungsspektroskopie (engl.: Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy, kurz: GDOES) kann eine quantitative Elementanalyse von Randschichten durchgeführt werden. Das Messprinzip basiert dabei auf der optischen Analyse des emittierten Lichtes einer Gasentladung. Den im Werkstück enthaltenen Elementen entsprechen unterschiedliche Wellenlängen des Lichtes, die in einem Vakuumspektrometer analysiert werden, wobei die Intensität des elementspezifischen Lichtes ein quantitatives Maß für die in der Probe enthaltenen Konzentrationen darstellt. Aufgrund des Sputtereffektes der Glimmentladung ermöglicht das Verfahren durch Aufzeichnung der Intensitäten verschiedener Spektrallinien in Abhängigkeit von der Sputterdauer die Bestimmung von Elementtiefenprofilen an Proben mit dünnen Schichten.

Zur Bestimmung des Stickstoff- und Kohlenstoffgehalts der Nitrier- und Nitrocarburierschichten wurden mit der GDOES Elementtiefenverläufe bis in eine Tiefe von ca. 50-60  $\mu\text{m}$  aufgenommen. Neben der Dicke der Verbindungsschicht können aus den Profilen von Stickstoff und Kohlenstoff aufgrund der unterschiedlichen Stickstoff- und Kohlenstofflöslichkeiten der Carbonitridphasen qualitative Hinweise auf die Phasenzusammensetzung der Verbindungsschicht erhalten werden.

### 3.4. Röntgenografie

Die Röntgenografie wurde zur Messung der Eigenspannungen eingesetzt. Es wurde mit  $\text{Cr-K}_\alpha$ -Strahlung an den  $\alpha\{211\}$ -Netzebenen ( $2\theta=156^\circ$ ) in tangentialer Richtung gemessen. Die Auswertung erfolgte mit der Software ANALYZE. Für die Linienlagenbestimmung wurde die Schwerpunktmethode von 30 % bis 80 % der maximalen Nettointensität angewandt. Bei den nitrierten Proben wurde im Bereich der Diffusionsschicht das Auswertungsintervall auf 55 % bis 80 % reduziert, um eine Verschiebung der Linienlage aufgrund der Überlappung mit der  $\epsilon\{200\}$ -Interferenz auszuschließen. Für die Darstellung eines Tiefenverlaufes erfolgte zwischen den Messungen ein elektrolytischer Materialabtrag, da durch diese Methode keine zusätzlichen Spannungen erzeugt werden. Insbesondere bei hohen Abtragstiefen, kann sich die Entfernung der jeweiligen Randschicht jedoch auf den Eigenspannungszustand auswirken. Auf alle Messwerte wurde daher die Korrektur nach Moore und Evans [Moo58] für ein ebenes Blech angewandt, um auf den Spannungszustand vor dem Abtrag zurückzuschließen. Bei den nitrierten Proben erfolgte die erste Messung unterhalb der Verbindungsschicht (in einer Tiefe von ca. 10  $\mu\text{m}$ ).

#### 4. Versuchsdurchführung

Beginnend mit Nitrierversuchen an einfachen Scheibenproben sollte im ersten Teil des Projektes eine systematische Erarbeitung der Zusammenhänge zwischen Nitrierparametern und sich einstellendem Nitrierergebnis stattfinden. Dies erfolgte mit metallografischen, chemischen und technologischen Untersuchungen der Randschichten. Aus diesen Ergebnissen wurde eine Auswahl von in Frage kommenden verschiedenen Behandlungen getroffen, die dann auf Schmiedegesenke übertragen wurden. Diese wurden dann in der Serienfertigung für die Abschmiedung eingesetzt und die Standmengen ermittelt. So konnte gewährleistet werden, dass nicht an einem Modellversuchsstand Verschleißparameter ermittelt werden, die schwer in die Praxis übertragbar sind.

##### 4.1. Untersuchungswerkstoff und Probenform

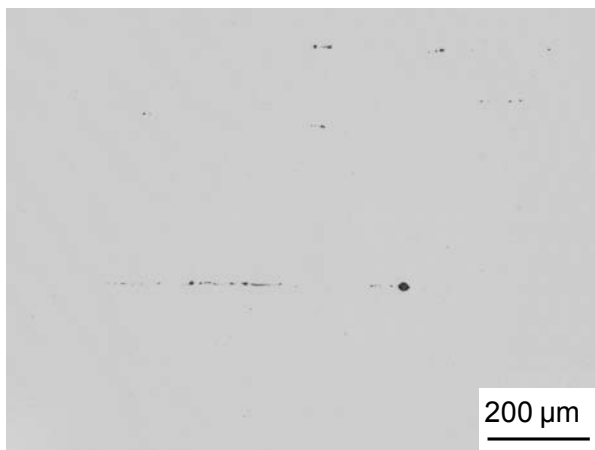
Für die Untersuchungen wurde der Werkstoff X38CrMoV5-3 (1.2367, 35 mm rund) ausgewählt, da dieser der beim Gesenkschmieden am häufigsten eingesetzte Werkstoff ist.

Die chemische Analyse des Untersuchungswerkstoffs (*Tabelle 3*) ergab, dass alle Werte innerhalb der Norm lagen. Im Gefüge ist eine für diese Werkstoffe typische Zeiligkeit zu erkennen (*Abbildung 19*). Der Reinheitsgrad nach DIN 50602 beträgt  $K_2=139$ .

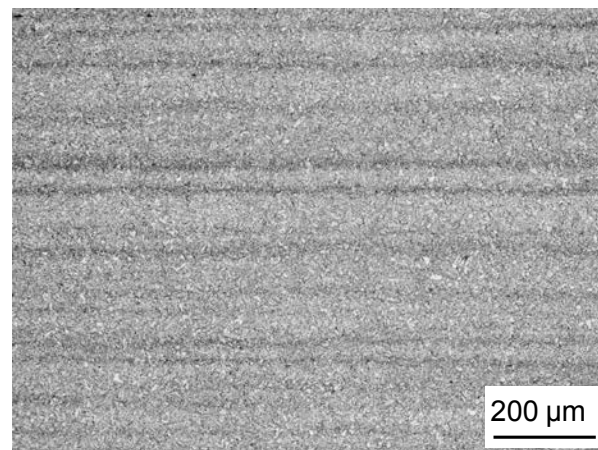
	C	Si	Mn	Cr	Mo	V
Richtanalyse*	0,35-0,40	0,30-0,50	0,30-0,50	4,80-5,20	2,70-3,20	0,40-0,60
Chemische Analyse	0,37	0,39	0,33	4,92	2,87	0,45

*Tabelle 3: Richtanalyse [SEL03] und ermittelte chemische Zusammensetzung des Untersuchungswerkstoffs in %*

**a) ungeätzt**



**b) geätzt**



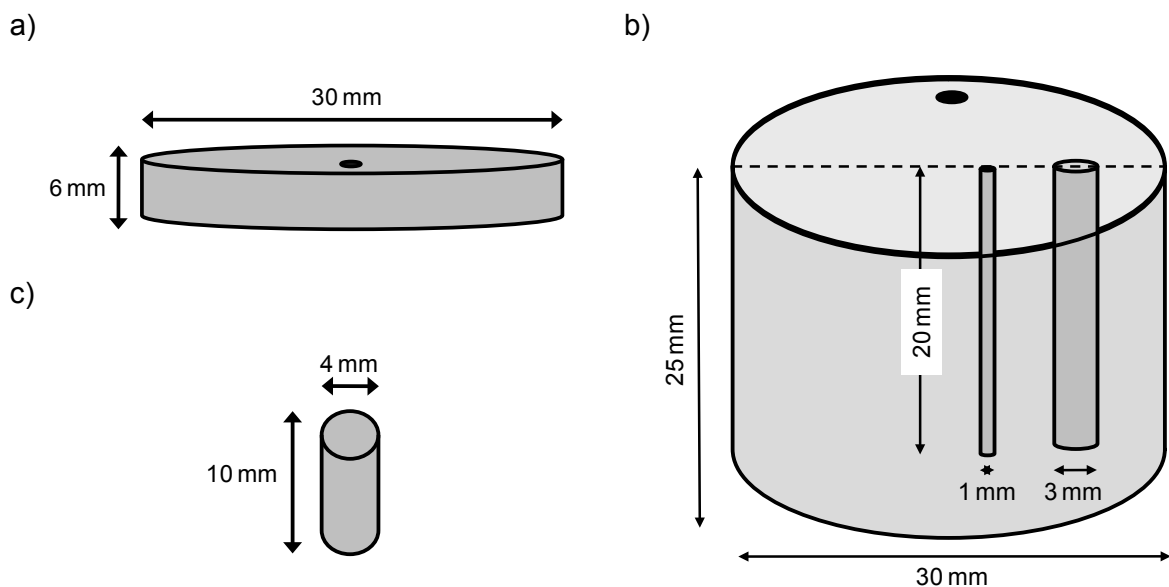
*Abbildung 19: Eingangsgefüge des Untersuchungswerkstoffs in 100facher Vergrößerung*

Aus dem Stangenmaterial des Untersuchungswerkstoffes X38CrMoV5-3 wurden für die Nitrierversuche Scheibenproben mit einem Durchmesser von 30 mm und einer Dicke von 6 mm hergestellt (*Abbildung 20a*). Die Proben wurden auf eine praxisübliche Härte von  $50 \pm 2$  HRC vorvergütet. Das Austenitisieren erfolgte bei  $1050^\circ\text{C}$  für eine Stunde. Beim dreimaligen Anlassen oberhalb des Sekundärhärtemaximums wurde zunächst für zwei Stunden bei  $560^\circ\text{C}$  angelassen, anschließend bei  $580^\circ\text{C}$  ebenfalls für zwei Stunden. Da die

Zielhärte nach dem zweiten Anlassen bereits erreicht wurde, erfolgte das dritte Anlassen ebenfalls bei 580 °C für zwei Stunden. Jeweils nach dem Härten und den einzelnen Anlassschritten wurden Proben entnommen, um die Härte und den Restaustenitgehalt zu überprüfen. *Abbildung 21* zeigt das Gefüge nach den einzelnen Behandlungsschritten. Der Restaustenitanteil lag nach allen Behandlungsschritten unter der Nachweisgrenze von 2 %.

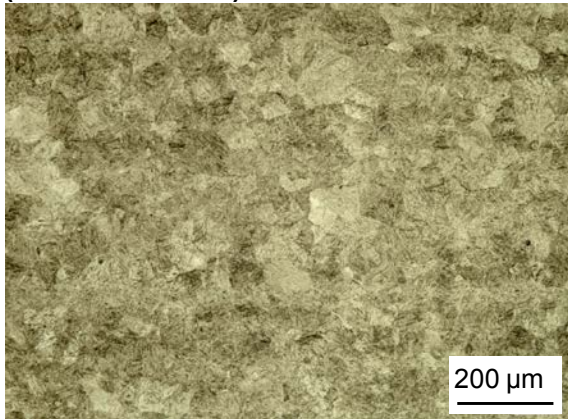
Neben den Scheibenproben wurde für die Untersuchungen zum Plasmanitrieren und zum Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter eine weitere Probenform mit einem Durchmesser von 35 mm und einer Dicke von 25 mm verwendet. Diese Proben hatten Bohrungen mit einem Durchmesser von 1 mm und 3 mm und einer Tiefe von 20 mm, an denen Geometrieeffekte beim Plasmanitrieren untersucht werden sollten (*Abbildung 20b*).

Für die Versuche zur Optimierung der Vorwärmebehandlung wurden außerdem Dilatometerproben ( $\varnothing$  4 mm, Länge 10 mm) gefertigt (*Abbildung 20c*). Diese Proben wurden nicht vorvergütet, da diese Proben zur Untersuchung des Einflusses der Vorwärmebehandlung auf das Gefüge vor dem Nitrieren dienten.

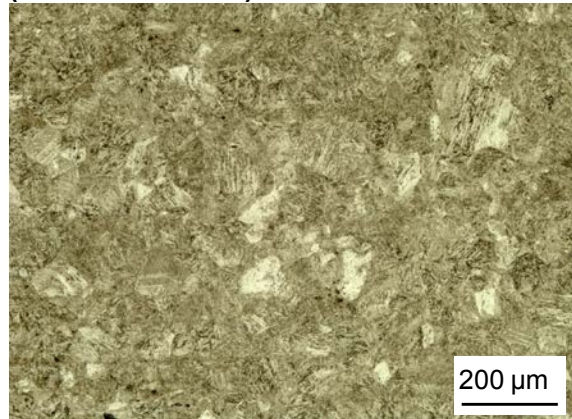


*Abbildung 20: Verwendete Probengeometrien, a) Nitriervorversuche, b) Geometrieeffekte, c) Vorwärmebehandlung*

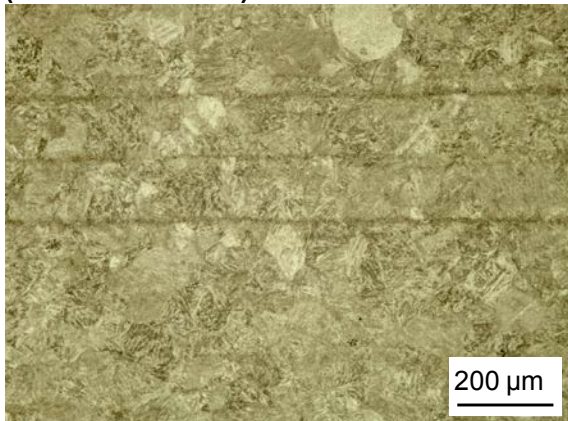
**a) gehärtet**  
(660HV / 57 HRC)



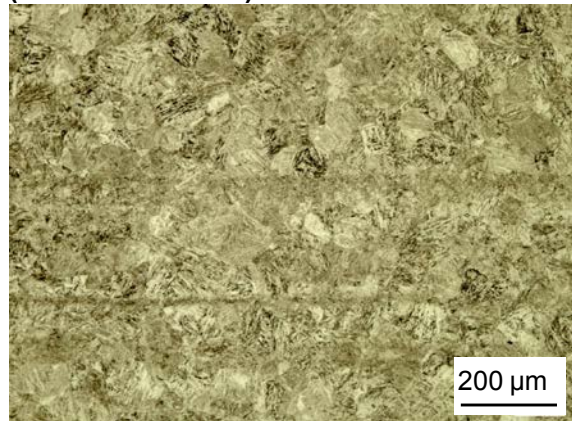
**b) einmal angelassen**  
(624 HV / 53 HRC)



**c) zweimal angelassen**  
(620 HV / 52 HRC)



**d) dreimal angelassen**  
(612 HV / 52 HRC)



*Abbildung 21: Gefüge der Scheibenproben nach den einzelnen Vorwärmebehandlungsschritten*

#### **4.2. Vorwärmebehandlung**

Die Wärmebehandlung zum Vergüten des Werkstoffs legt vor allem die Korngröße, die Carbidzusammensetzung, -größe und -verteilung fest. Durch die Austenitisierungstemperatur und -dauer werden der Grad der Carbidauflösung und somit der zur Martensitbildung zur Verfügung stehende gelöste Kohlenstoff sowie die Korngröße festgelegt. Während der anschließenden Abschreckung bzw. Abkühlung können je nach Abkühlgeschwindigkeit bereits Carbide vor der Martensitumwandlung entstehen [Gue05, Tel75]. Diese Carbide und deren Verteilung prägen die Zähigkeitseigenschaften mit. Schließlich wird der Werkstoff nach dem Härten und vor dem Nitrieren mehrfach angelassen. Durch die Höhe der Anlasstemperatur wird die Carbidverteilungsstruktur weiterhin festgelegt [Gue05]. Insbesondere auf den Korngrenzen spielt die Carbidverteilung eine zentrale Rolle für die Zähigkeitseigenschaften des Werkstoffs.

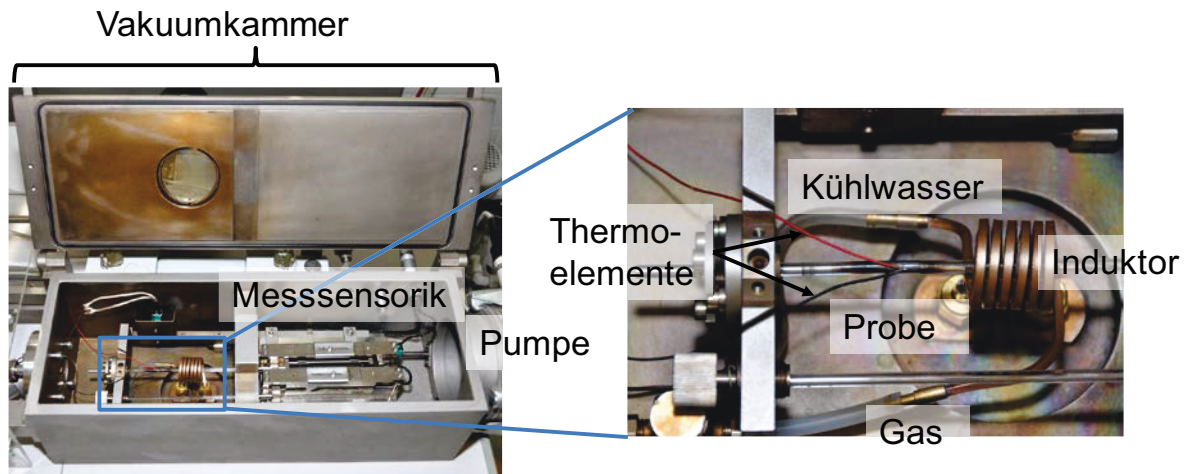


Abbildung 22: Aufbau des Abschreckdilatometers

Nr.	Wärmebehandlung	Variation
a)	1050 °C 60' / 3x 640 °C 2 h	Zielhärte 48 + 2 HRC
b)	1050 °C 60' / 3x 620 °C 2 h	Zielhärte 50 + 2 HRC
c)	1050 °C 60' / 3x 570 °C 2 h	Zielhärte 53 + 2 HRC
d)	1050 °C 60' / 620 °C 2 h / -196 °C 18 h / 2x 620 °C 2 h	Tiefkühlen
e)	1050 °C 60' / 3x 620 °C 2 h	Langsames Abschrecken
f)	1150 °C 60' / 3x 620 °C 2 h	Höhere Austenitisierungstemperatur
g)	1200 °C 5 h / RT, langsam / 1050 °C 60' / 3x 620 °C 2 h	Vorgeschaltetes Lösungsglühen

Tabelle 4: Variation der Vergütungsparameter

Die Untersuchung der Vorwärmebehandlung wurde an einem Abschreckdilatometer der Marke Bähr durchgeführt (vgl. *Abbildung 22*). Unter Variation von Austenitisierungstemperatur, Abkühlgeschwindigkeit, und Anlasstemperatur wurden am Untersuchungswerkstoff X38CrMoV5-3 unterschiedliche Vergütungsbehandlungen durchgeführt. Außerdem wurden der Einfluss einer Tiefkühlbehandlung und eines vorgeschalteten Lösungsglühens untersucht. *Tabelle 4* zeigt eine Übersicht der Vergütungsbehandlungen. Zur Charakterisierung wurden die wärmebehandelten Proben lichtmikroskopisch und am Rasterelektronenmikroskop dokumentiert, außerdem wurde die Härte gemessen und der Restaustenitgehalt röntgenografisch bestimmt.

### 4.3. Nitrierbehandlung


Im Hinblick auf die Standmengenerhöhung der nitrierten Werkzeuge sollten der Einfluss der Nitrierhärte und der Verbindungsschicht auf die Standmengen der Werkzeuge untersucht werden. In systematischen Laborversuchen wurden zunächst Prozessparameter für das Erzeugen unterschiedlicher Randschichtzustände an dem Untersuchungswerkstoff



X38CrMoV5-3 ermittelt und die Randschichten charakterisiert. Neben dem geregelten Gasnitrieren/-nitrocarburieren und Plasmanitrieren/-nitrocarburieren wurden auch Versuche zum Niederdruckgasnitrieren und Plasmanitrieren mit aktivem Gitter (Active Screen Plasma Nitriding, ASPN) sowie Verfahrenskombinationen durchgeführt, um auch den Einfluss des Nitrierverfahrens und seiner Verfahrensvarianten zu untersuchen.

#### 4.3.1. Gasnitrieren und –nitrocarburieren

Für das Gasnitrieren und –nitrocarburieren stand eine industrielle Topf-ofen-Anlage mit Stahlretorte zur Verfügung (*Tabelle 5*). Die Anlage verfügt über einen Gasregelschrank mit thermischen Massendurchflussreglern für eine fortlaufende Regelung und Überwachung der Begasungsmengen.

	Anlage	Nabertherm
	Durchmesser	ca. 600 mm
	Höhe	ca. 700 mm
	Max. Charge	ca. 450 kg
	T <sub>max</sub>	ca. 830 °C
	Begasung	N <sub>2</sub> , NH <sub>3</sub> , NH <sub>3</sub> -Spaltgas, Luft, CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O, CO
	Sensoren	Sauerstoffsonde, H <sub>2</sub> -Sonde
	Regelung	Nitrierkennzahl, Kohlenskennzahl
	Analysatoren	Schüttelflasche, NH <sub>3</sub> , FTIR

*Tabelle 5: Kenngrößen der Gasnitrieranlage*

Die Nitrierkennzahlregelung erfolgte mit Hilfe eines Wasserstoffsensors über den Wasserstoffpartialdruck. Die für die Regelung notwendige Ermittlung der Prozessgaszusammensetzung erfolgte über numerische Iteration der zugrundeliegenden chemischen Reaktionsgleichungen. Beim Nitrocarburieren wurde trotz der möglichen Regelung der Kohlenskennzahl der Kohlenstoffspender als fester Prozentanteil der Atmosphäre zugegeben, da die Kohlenskennzahlregelung in der Praxis bisher wenig verbreitet ist. Die Behandlungsparameter für das Gasnitrieren und –nitrocarburieren sind *Tabelle 6* zu entnehmen.

T [°C]	t [h]	K <sub>N</sub>	CO <sub>2</sub> [%]	Verbindungsschicht	NHD
<i>Nitrieren ohne Verbindungsschicht</i>					
520	10	0,4	-	ohne	niedrig
520	36	0,5	-	ohne	mittel
520	90	0,5	-	ohne	hoch
<i>Nitrieren mit Verbindungsschicht</i>					
520	30	1,4	-	γ'-Nitrid	mittel
520	30	3	-	ε-Nitrid	mittel
520	150	3	-	ε-Nitrid	hoch
<i>Nitrocarburieren</i>					
550	25	2	2,5	ε-Carbonitrid	mittel
550	90	1	2,5	ε-Carbonitrid	hoch

Tabelle 6: Behandlungsparameter für das Gasnitrieren und –nitrocarburieren

#### 4.3.2. Niederdruckgasnitrieren

Tabelle 7 zeigt die Parameter für das Niederdruckgasnitrieren. Das Niederdruckgasnitrieren wurde in einer Plasmanitrieranlage durchgeführt, die zusätzlich mit Gasmengenregelung und Ammoniakbegasung ausgerüstet wurde, um ein Gasnitrieren mit einer NH<sub>3</sub>-Festbegasung zu ermöglichen.

t [h]	T [°C]	p [mbar]	% N <sub>2</sub>	Gesamtbegasung [l/h]
<i>Niederdruckgasnitrieren</i>				
24	520	400	0	150
24	520	400	50	150
24	520	400	80	150
24	520	200	0	150
24	520	400	0	500
<i>Referenzversuch bei Atmosphärendruck</i>				
24	520	1013	0	500



Tabelle 7: Behandlungsparameter für das Niederdruckgasnitrieren



Die Behandlungen im Niederdruck wurden ohne Kennzahlregelung durchgeführt. Zur Probenentpassivierung wurde ein Annitrieren im Plasma, wie in *Tabelle 12* gezeigt, durchgeführt. Ein Referenzversuch bei Normaldruck wurde in der Gasnitrieranlage Nabertherm durchgeführt. Hier wurde aus Gründen der Vergleichbarkeit ebenfalls auf die Kennzahlregelung verzichtet und eine  $\text{NH}_3$ -Festbegasung gewählt.

#### 4.3.3. Plasmanitrieren und –nitrocarburieren

Das Plasmanitrieren wurde in zwei industriellen Haubenanlagen durchgeführt. Die wichtigsten Kenngrößen der Plasmanitrieranlagen sind in *Tabelle 8* gegenüber gestellt. In systematischen Versuchen wurde der Einfluss der Parameter Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnis, Nitrierdauer, Nitriertemperatur beim Nitrieren und Anteil des Kohlenstoffspenders beim Nitrocarburieren auf die Ausbildung der Nitrierschicht untersucht. Die Behandlungsparameter für die Voruntersuchungen zum Plasmanitrieren sind in *Tabelle 9* gezeigt. Um den Einfluss der Plasmaanlage auf das Nitrierergebnis zu untersuchen, wurden die Behandlungen mit unterschiedlichen Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnissen in beiden Anlagen durchgeführt. Alle weiteren Versuche zum konventionellen Plasmanitrieren wurden in der Anlage des Typs Rübigen durchgeführt.

Anlage	Rübigen	Eltropuls
		
Durchmesser	ca. 700 mm	ca. 400 mm
Höhe	ca. 900 mm	ca. 900 mm
Max. Charge	ca. 1000 kg	ca. 850 kg
$T_{\text{max}}$	ca. 600 °C	ca. 600 °C
Besonderheit	Option zum Niederdruckgasnitrieren	Aktives Gitter für ASPN

*Tabelle 8: Kenngrößen der Plasmanitrieranlagen*

T [°C]	t [h]	N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub>	P [mbar]	Pulsdauer [μs]	Pulspause [μs]	U [V]	CH <sub>4</sub> [%]
<i>Variation des Verhältnisses N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub></i>							
520	32	6:1	2	100	200	500	-
520	32	3:1	2	100	200	500	-
520	32	1:1	2	100	200	500	-
520	32	1:3	2	100	200	500	-
520	32	1:8	2	100	200	500	-
<i>Variation der Nitrierdauer</i>							
520	8	1:1	2	100	200	500	-
520	120	1:1	2	100	200	500	-
<i>Variation der Nitriertemperatur</i>							
480	64	1:5	2	100	200	500	-
500	48	1:5	2	100	200	500	-
<i>Nitrocarburieren</i>							
520	32	6:1	2	100	200	500	0,5
520	32	6:1	2	100	200	500	1
520	32	6:1	2	100	200	500	2
550	32	6:1	2	100	200	500	1

*Tabelle 9: Behandlungsparameter für das Plasmanitrieren und –nitrocarburieren*

#### 4.3.4. Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPN)

Die Plasmanitrieranlage Eltropuls verfügt über ein Triodensystem, sodass ein kontaktloses Plasmanitrieren ähnlich dem Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (Active Screen Plasma Nitriding, ASPN) möglich ist. Die Parameter für die ASPN-Behandlungen sind in *Tabelle 10* zusammengefasst.

T [°C]	t [h]	N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub>	P [mbar]	Pulsdauer [µs]	Pulspause [µs]	U [V]	U <sub>Gitter</sub> [V]
520	32	3:1	2	100	200	0	500
520	32	3:1	2	100	200	50	500
520	32	3:1	2	100	200	200	500

Tabelle 10: Behandlungsparameter für die ASPN-Behandlungen

#### 4.3.5. Mehrstufennitrieren

Beim Mehrstufennitrieren wurden unterschiedliche Temperaturen und Nitrierkennzahlen innerhalb eines Prozesses verwendet. In einem zweistufigen Prozess sollten durch ein entkohlendes Nitrieren bei niedriger Temperatur und niedriger Nitrierkennzahl die Carbidausscheidungen in der Randschicht reduziert werden (Tabelle 11). Da entkohlte Nitrierschichten ohne Verbindungsschicht eine geringere Oberflächenhärte aufweisen, sollte anschließend eine dicke Verbindungsschicht erzeugt werden, deshalb wurde im zweiten Schritt bei hoher Nitrierkennzahl nitriert.

Ziel	1. Stufe	2. Stufe
Vermeidung von Korngrenzencarbiden	520 °C 90 h K <sub>N</sub> =0,5	520 °C 30 h K <sub>N</sub> =3

Tabelle 11: Behandlungsparameter für das Mehrstufennitrieren

#### 4.3.6. Kombinationsbehandlungen

Neben dem reinen Gas- und Plasmanitrieren wurden Kombinationen dieser Verfahren getestet. Beide Verfahren können unterschiedliche Verbindungsschichten unterschiedlich gut bzw. schlecht realisieren. Durch die Kombination von Gas- und Plasmanitrieren sollte erprobt werden, ob durch eine Verfahrenskombination weitere Eigenschaftsverbesserungen erreicht werden können.

Ein Beispiel für eine Kombinationsbehandlung ist das Entfernen einer Passivierung, wie sie bei höher chromlegierten Werkstoffen wie dem untersuchten Warmarbeitsstahl auftreten kann, durch ein kurzes Plasmanitrieren und einem anschließenden verbindungsschichtfreien Gasnitrieren. Die Parameter für dieses Kombinationsverfahren sind in Tabelle 12 dargestellt.

Anlage	T [°C]	t [h]	Stickstoff-zugabe	P [mbar]	Pulsdauer [µs]	Pulspause [µs]	U [V]
Rübig	520	1	N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub> =1:8	2	100	200	500
Nabertherm	520	90	K <sub>N</sub> =0,5	1013	-	-	-

Tabelle 12: Behandlungsparameter Kombinationsbehandlung

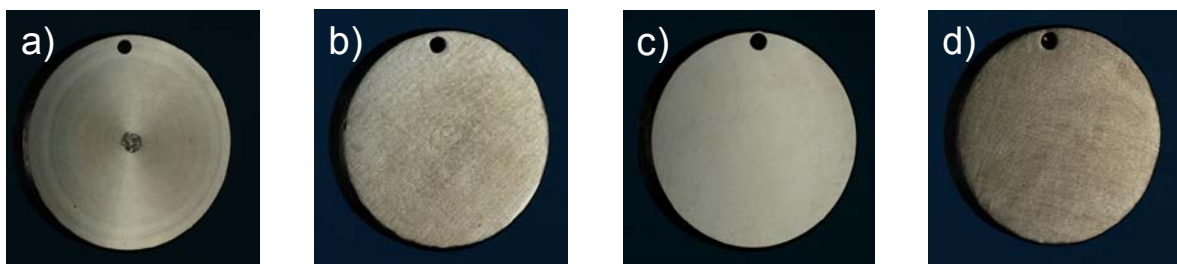
Im Optimalfall sollte die Verfahrenskombination in einer Anlage durchgeführt werden, um doppeltes Chargieren, Aufwärmen und Abkühlen zu vermeiden. Zur Realisierung der Verfahrenskombination in ein und derselben Anlage wurde die vorhandene Plasmanitrieranlage Rübzig (*Tabelle 8*) mit Gasmengenregelung und Ammoniakbegasung nachgerüstet. Durch diesen Umbau war in dieser Anlage neben dem herkömmlichen Plasmanitrieren auch ein Gasnitrieren im Niederdruck möglich.

#### 4.4. Eigenspannungsuntersuchungen

Der Randbereich wird durch bei der Fertigung eingebrachte Verformungen und Eigenspannungen beeinflusst [Sch90]. Bei warmfesten Stählen werden die fertigungsbedingten Eigenspannungen beim Anlassen bzw. Nitrieren nur teilweise abgebaut. Je nach Temperatur beim Nitrieren kommt es zu Erholungs- und Rekristallisationsvorgängen in verformten und eigenspannungsbehafteten Randbereichen. Diese Temperaturen liegen für den beim Schmieden häufig eingesetzten Warmarbeitsstahl X38CrMoV5-3 im Bereich 500 – 600 °C [Tom99]. Weiterhin führt die Nitrierbehandlung zu Druckeigenspannungen im Randbereich [Oet91][Spi98].

Wenn die Eigenspannungen durch einen hohen isostatischen bzw. dynamischen Druck beim Schmieden überlagert werden, kann dies lokal ein Versagenskriterium für den Werkstoff sein. Andererseits wirken Druckeigenspannungen als Rissstop. Untersuchungen von Klümper-Westkamp [Klu09], [Klu10] an nitrierten Werkzeugen für die Warmmassivumformung ergaben unterschiedliche Schädigungsbilder in den unterschiedlichen Gravurbereichen. Risse endeten häufig in der Ausscheidungsschicht oder kurz darunter und gingen oft senkrecht von der Oberfläche aus. An Stellen, wo die Ausscheidungsschicht abgetragen war, liefen die Risse tiefer. Hieraus wurde gefolgert, dass sich die Druck-Eigenspannungen möglicherweise positiv auf die Werkzeuglebensdauer auswirken. Außerdem ist die Ausscheidungsschicht temperaturbeständiger, da ein Härteabfall unter Kernhärte erst nach dem Abtrag der Ausscheidungsschicht auftrat [Klu09].

Um diese Aspekte mit in die Untersuchungen einzubeziehen, wurden Eigenspannungen an unterschiedlich gefertigten Proben vor und nach dem Nitrieren gemessen. Außerdem wurde untersucht, inwiefern die fertigungsbedingten Eigenspannungen beim Nitrieren des warmfesten Stahls X38CrMoV5-3 abgebaut werden. Für die Eigenspannungsuntersuchungen wurden an den Scheibenproben verschiedene Oberflächenzustände, wie sie an Schmiedegesenken vorzufinden sind, eingestellt (*Abbildung 23*).



*Abbildung 23: Untersuchte Oberflächen: a) gedreht, b) gedreht und gravurgeschliffen, c) gefräst, d) gefräst und gravurgeschliffen*

Die Eigenspannungsmessungen erfolgten jeweils an folgenden Werkstoffzuständen:

- bearbeitet (im Anlieferungszustand),
- vergütet,
- vergütet und bearbeitet,
- vergütet, bearbeitet und nitriert,
- vergütet, bearbeitet und geglüht.

Der Begriff „bearbeitet“ bezieht sich auf die vier in *Abbildung 23* gezeigten Zustände. Das Vergüten wurde nach den im Abschnitt 4.1 *Untersuchungswerkstoff und Probenform* genannten Parametern durchgeführt. Das Nitrieren erfolgte im Gas bei 520 °C für 30 Stunden mit  $K_N=3$ . Die 36stündige Glühbehandlung wurde bei 520 °C unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt. Da die maximalen Eigenspannungen durch die Nitriertemperatur bestimmt werden, wurden außerdem Eigenspannungsverläufe an Standard-Scheibenproben gemessen, die bei zwei weiteren Temperaturen plasmanitriert wurden. Die Behandlungsparameter sind *Tabelle 9* zu entnehmen.

#### **4.5. Standmengenuntersuchungen**

Für die Standmengenuntersuchungen wurde eine Auswahl von verschiedenen Behandlungen auf Werkzeuge übertragen, die anschließend in der Serienfertigung der Pilotfirma für die Abschmiedung eingesetzt wurden. Die Standmengen der Versuchswerkzeuge wurden erfasst und der Materialabtrag an kritischen Verschleiß- und Versagensorten gemessen und metallografisch untersucht. Auf den ausgewählten Werkzeugen liegen verschiedene Bereiche mit unterschiedlicher Beanspruchung vor, die untersucht und ausgewertet wurden. In Korrelation zu diesen unterschiedlichen Bereichen wurde der Einfluss unterschiedlicher Randschichten untersucht und ausgewertet. Daraus wurden schließlich die allgemeingültigen Empfehlungen, welche Randschicht bei welcher Beanspruchung die besten Ergebnisse aufweist, entwickelt.

##### **4.5.1. Versuchswerkzeuge**

Für die Standmengenuntersuchungen wurde das in *Abbildung 24* gezeigte Gesenkpaar aus dem Werkstoff X38CrMoV5-3 eingesetzt. Es handelt sich um ein Vorstufengesenk. Die Werkzeuge wurden vor dem Nitrieren auf 52 + 2 HRC vorvergütet.

Die in *Abbildung 24* gezeigten Werkzeuge wurden ausgewählt, da auf ihnen unterschiedlich beanspruchte Bereiche vorliegen. Es gibt Bereiche mit sehr flacher Gravur, Krümmungen mit unterschiedlichem Krümmungsradius, Bereiche mit hoher Biegebeanspruchung, Hohlkehlen, Bereiche mit hoher Flächenpressung, Bereiche mit hoher oder geringer Relativbewegung zwischen Werkstückwerkstoff und Wirkfläche des Werkzeugs, Bereiche mit hoher Temperaturwechselbeanspruchung und solche, die stärkerem chemischem Angriff ausgesetzt sind. Die ausgewählten Werkzeuge bieten somit ein breites Untersuchungsspektrum hinsichtlich der Eignung unterschiedlicher Nitrierschichten bei unterschiedlicher Beanspruchung.

**Obergesenk**  
**Werkstoff**  
**1.2367 HRC**  
**52+2**  
**Ø 121 x 92; 6,6**  
**Kg**



**Untergesenk**  
**Werkstoff**  
**1.2367 HRC**  
**52+2**  
**Ø 110 x 68; 4**  
**Kg**



*Abbildung 24: Versuchswerkzeuge für die Standmengenuntersuchungen (Quelle: Hirschvogel)*

#### 4.5.2. Nitrier- und Nitrocarburierbehandlungen der Werkzeuge

Anhand der Ergebnisse aus den Vorversuchen mit den begleitenden Analysen wurden gemeinsam mit den Anwendern in den Schmiedebetrieben die Varianten ausgewählt, nach denen die Werkzeuge für Standmengenuntersuchungen nitriert und nitrocarburiiert wurden. Die Behandlungen (*Tabelle 13*) erfolgten in den gleichen Nitrieranlagen wie die Voruntersuchungen. Das Plasmanitrieren wurde in der Anlage der Bauart Rübigen durchgeführt.

Variante	Medium	Behandlung	NHD	CL
V1	Gas	520 °C 90 h $K_N=0,5$	mittel	keine
V2	Gas	520 °C 120 h $K_N=3$	hoch	dick
V3	Plasma	520 °C 150 h $N_2:H_2$ 1:8	mittel-hoch	keine
V4	Plasma	520 °C 25 h $N_2:H_2$ 3:1	mittel	dünn
V5	Plasma	500 °C 40 h $N_2:H_2$ 1:5	niedrig	dünn
V6	Gas	520 °C 25 h $K_N=3 + 2,5 \% CO_2$	mittel	k. A.
V7	Gas	520 °C 4 h $K_N=3$	niedrig	k. A.
V8	Plasma	520 °C 1 h $N_2:H_2$ 3:1	sehr niedrig	k. A.

*Tabelle 13: Nitrier- und Nitrocarburierbehandlungen der Werkzeuge*

Zur statistischen Absicherung wurden jeweils vier bis fünf Ober- und Untergesenke nach einer Variante behandelt. Neben begleitenden Scheibenproben, die vor dem Nitrieren bzw. Nitrocarburieren mikrogestrahlt wurden, um eine ähnliche Oberflächentopografie wie die der Werkzeuge einzustellen, wurden jeweils ein Ober- und Untergesenksegment bei diesen Prozessen zur Dokumentation der Nitrierschicht am Werkzeug selbst mitbehandelt und ausgewertet, da die Vergleichbarkeit zwischen Probe und Werkzeug nicht zwingend gegeben ist. Einflussfaktoren wie Oberflächenrauigkeit, Randschichtverformung, Eigenspannungen, Passivschichten, Oberflächenverunreinigungen und Rückstände wirken sich auf das Nitrierergebnis aus und können zu abweichenden Nitrierergebnissen führen [Lie06].



#### 4.5.3. Abschmiedung

Die nitrierten Werkzeuge wurden anschließend in der Pilotfirma in einer vollautomatischen Exzenterpresse eingesetzt (*Abbildung 25*). Umgeformt wurde der Werkstoff C45 mit einer Taktzeit von 5 Sekunden bei einer Schmiedetemperatur von 1200 °C. Die Kühlschmierung erfolgte mit einem salzbasierten weißen Sprühmittel.

Um äußere Einflüsse so gering wie möglich zu halten, wurden zum Abschmieden mit den Versuchswerkzeugen möglichst kleine Zeitfenster gewählt. Die Varianten 1-4 wurden in einem Versuchszeitraum eingesetzt, die Varianten 5-8 in einem zweiten Versuchszeitraum. Es wurden nacheinander immer jeweils ein Werkzeugpaar aus der Serie als Referenz und ein Werkzeugpaar von jeder Variante eingesetzt. Die Schmiedevorgänge wurden möglichst detailliert dokumentiert. Des Weiteren wurden alle Störungen und Unterbrechungen im Ablauf und der Funktion dokumentiert. Werkzeuge, die aus anderen Gründen ausgebaut werden mussten, wurden nicht für die Auswertung der Standmengen herangezogen. Nach Möglichkeit wurde von jeder Behandlungsvariante ein Werkzeugpaar nach einer definierten Anzahl von Umformungen (ca. 60 % des Standmengenjahresdurchschnitts) ausgebaut, um einen Vergleichspunkt zu setzen.

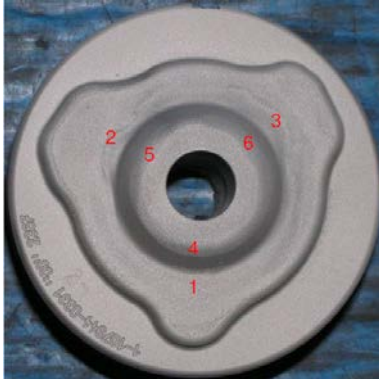


*Abbildung 25: Automatische Maxipresse (Quelle: Hirschvogel)*

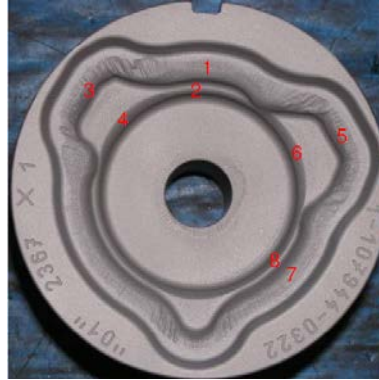
#### 4.5.4. Verschleißmessung

Vor und nach dem Einsatz wurden die Werkzeuge mit einer Koordinatenmessmaschine (*Abbildung 27*) topografisch vermessen (Messgenauigkeit  $\pm 2,5 \mu\text{m}$ ), um den Materialabtrag an den kritischen Verschleiß- und Versagensorten zu erfassen (*Abbildung 26*). Für die Auswertung des Materialabtrages wurde beim Obergesenk der Abtrag an den Stellen 1, 2 und 3 (flacher Bereich) und an den Stellen 4, 5 und 6 (Außenradius) gemessen. Beim Untergesenk wurden die Stellen 1, 3, 5 und 7 am oberen Außenradius sowie die Stellen 2, 4, 6 und 8 am unteren Außenradius erfasst.

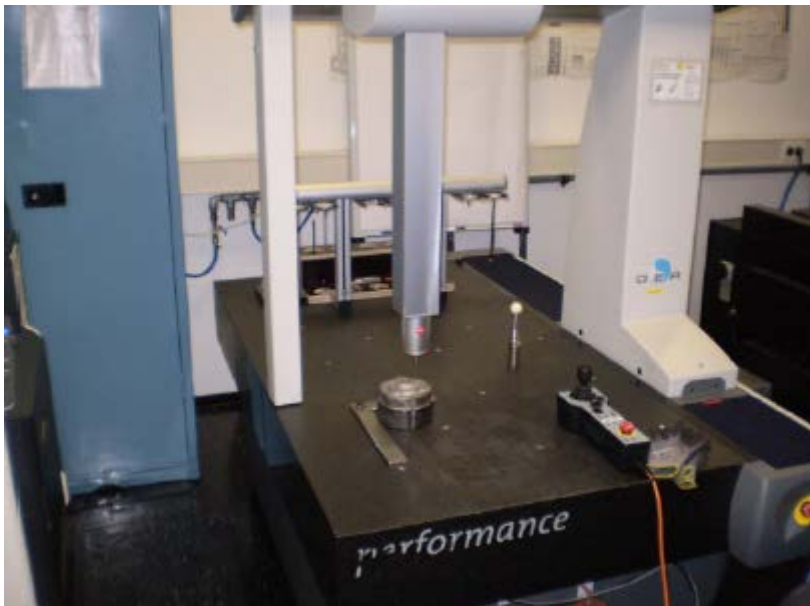
**a) Obergesenk**



**b) Untergesenk**



*Abbildung 26:  
Vermessene  
Verschleiß- und  
Versagensorte an  
den Versuchs-  
werkzeugen (Quelle:  
Hirschvogel)*



*Abbildung 27: Verschleißmessung am Obergesenk (Quelle: Hirschvogel)*

#### **4.5.5. Metallografische Analyse der Schäden**

Die verschlissenen Werkzeuge wurden nach ihrem Einsatz metallografisch untersucht. Eine Übersicht der metallografisch untersuchten Werkzeuge gibt *Tabelle 14*. Die Probenentnahme für die metallografischen Untersuchungen erfolgte bei den Obergesenken durch die Verschleißmesspunkte 3 und 6 (vgl. *Abbildung 26a*). An den Untergesenken wurden Schliffe der Messstellen 1 und 6 angefertigt (vgl. *Abbildung 26b*), da der Verschleiß dieser Bereiche für das Bauteil kritisch ist.



Nr.	Variante	Standmenge [%]	Bemerkung
<i>Obergesenk</i>			
M3	V1	82	Früh ausgefallen
M2	V1	121	Höchste Standmenge V1
M9	V2	108	Gleiche Standmenge → gleiche Schädigung?
M5	V2	108	
M6	V2	151	Höchste Standmenge V2
M11	V3	109	Höchste Standmenge V3
M15	V4	115	Höchste Standmenge V4
L10	Serie	79	Früh ausgefallen
L3	Serie	157	Höchste Standmenge Serie
<i>Untergesenk</i>			
W3	V1	1	Geringe Anzahl an Abformungen
W12	V3	70	Früh ausgefallen
W17	V4	56	Früh ausgefallen
W16	V4	135	Höchste Standmenge Versuch
X6	Serie	150	Höchste Standmenge Serie

*Tabelle 14: Werkzeuge für die metallografische Analyse*

Zusätzlich zur Gefügedokumentation wurden an den verschlissenen Werkzeugen auch Härteverläufe gemessen und mit dem Anlassdiagramm (*Abbildung 30*) verglichen, um Hinweise auf die beim Schmieden auftretenden Temperaturen zu erhalten. Dort wo die Nitrierschicht noch vorhanden ist, muss zur Ermittlung der Temperatureinwirkung auf die Werkzeugrandzone das Anlassdiagramm der Nitrierschicht herangezogen werden. Dieses lag nur für ähnlich legierte Warmarbeitsstähle vor (*Abbildung 10*), kann jedoch als Einordnung verwendet werden. In *Abbildung 10* ist die Härte gegen den Anlassparameter aufgetragen (obere x-Achse), der nicht nur die Anlasstemperatur (in K) sondern auch die Anlassedauer (in h) berücksichtigt. Da die Anlassedauer der Randschichten von der Anzahl der Umformvorgänge abhängt, wurden für drei unterschiedliche Standmengen die entsprechenden Temperaturskalen abgeschätzt (*Abbildung 28*). Als Anlassedauer für eine Umformung wurden zwei Sekunden angenommen.

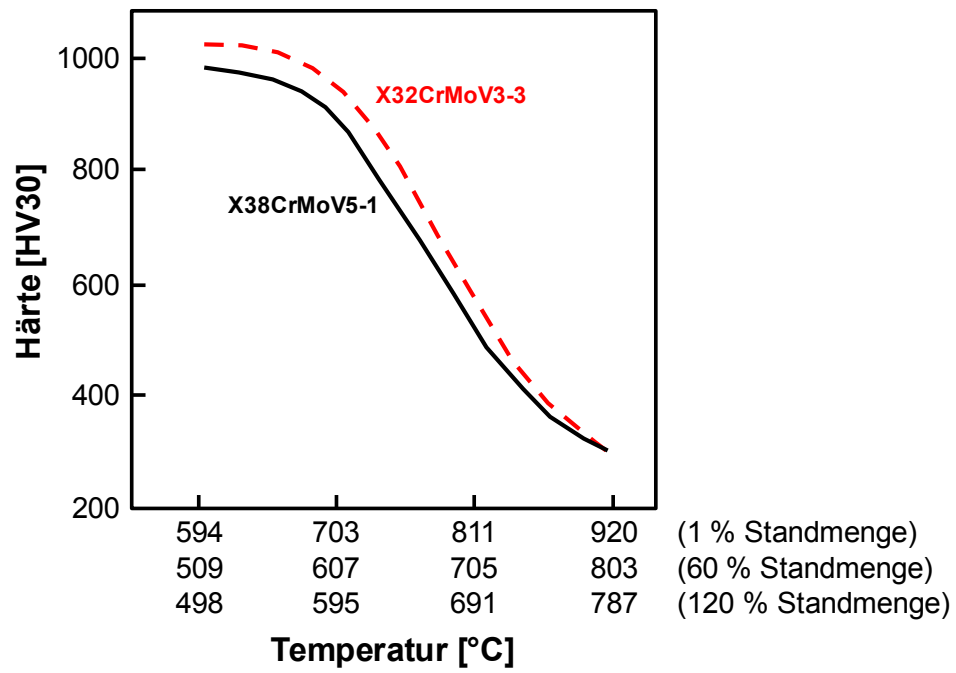
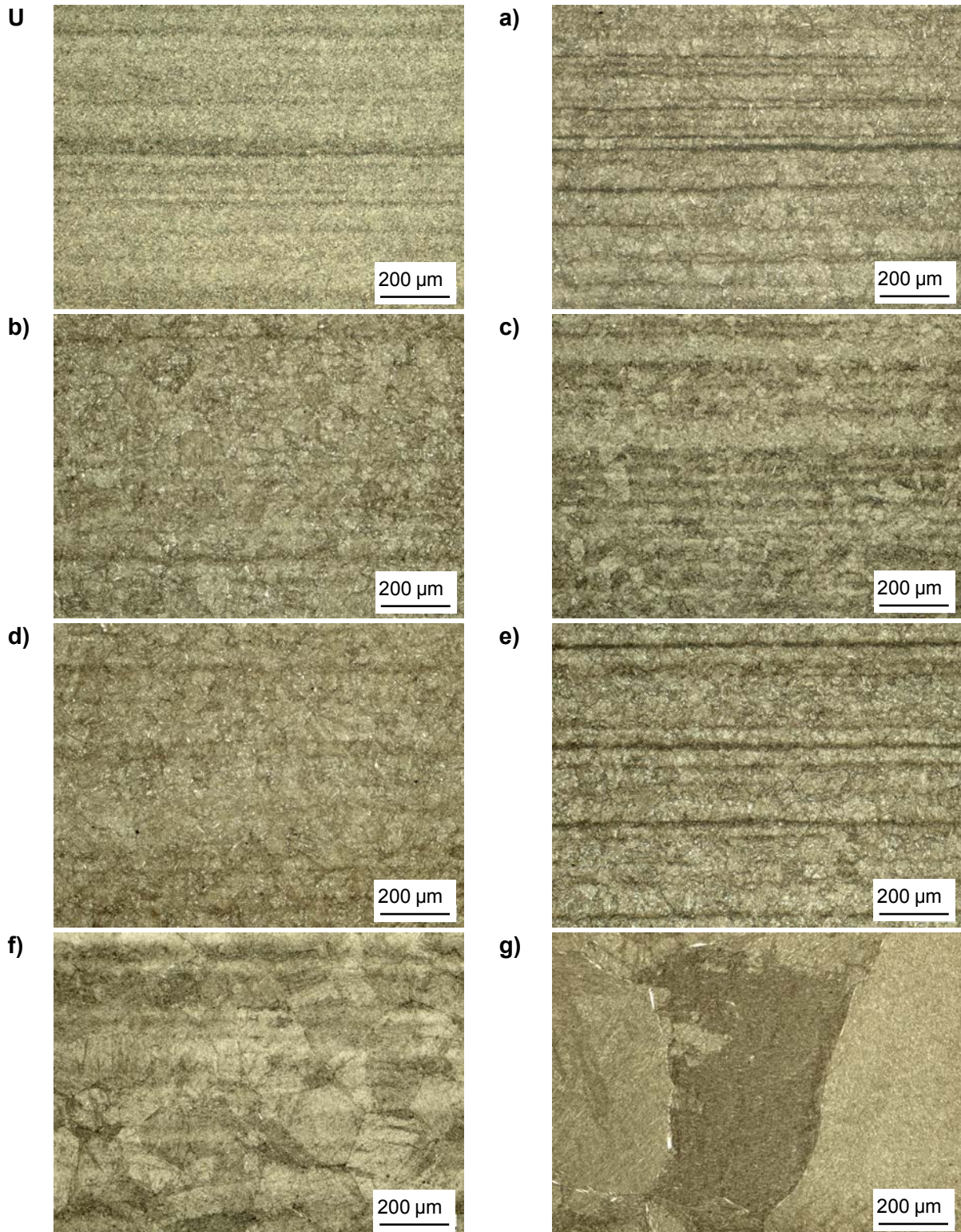


Abbildung 28: Anlassdiagramme der Stähle X32CrMoV3-3 und X38CrMoV5-1 im nitrierten Zustand nach [Spi98]

## 5. Darstellung der Versuchsergebnisse

### 5.1. Vorwärmebehandlung

Anhand der lichtmikroskopischen Gefügaufnahmen der unterschiedlich vergüteten Proben aus X38CrMoV5-3 (*Abbildung 29*) ist im Vergleich zum Ausgangszustand bei allen Varianten eine Vergrößerung der Körner zu erkennen.



*Abbildung 29: Gefügaufnahmen der Vorwärmebehandlungsvarianten a-g, sowie einer unbehandelten Probe (U) in 100facher Vergrößerung*

Die größten Körner sind bei der lösungsgeglühten Variante zu beobachten. Aber auch die Variante mit der höheren Austenitisierungstemperatur führt zu einer größeren Korngröße im Vergleich zu der niedrigeren Austenitisierungstemperatur. Die bereits im Ausgangsgefüge vorhandene Zeiligkeit ist bei allen Varianten außer der lösungsgeglühten auch nach dem Vergüten noch vorhanden.

Die röntgenografische Restaustenitbestimmung ergab, dass bei allen Proben der Restaustenitgehalt unter 2 % liegt (*Tabelle 15*). Anhand der Halbwertsbreite des  $\alpha\{211\}$ -Signals können Rückschlüsse auf den Anlasszustand getroffen werden. Beim Härten wird Kohlenstoff im Gitter gelöst, was zu einer Verzerrung des Gitters führt. Außerdem entstehen beim Härten Versetzungen. Beim Anlassen wird das Gitter wieder entzerrt und die Versetzungsdichte verringert. Eine kleinere Halbwertsbreite entspricht einem wenig verzerrten Gitter und damit einem höheren Anlassgrad. Die verschiedenen Wärmebehandlungen sind in *Tabelle 15* nach absteigender Halbwertsbreite des  $\alpha\{211\}$ -Signals (also zunehmendem Anlassgrad) sortiert. Die Varianten b), d), e) und g) haben ungefähr die gleiche Halbwertsbreite, weisen jedoch eine deutlich unterschiedliche Härte auf. Das ist darauf zurückzuführen, dass das Sekundärhärtemaximum durch das Lösungsglühen verschoben wurde.

Nr.	Variation	Restaustenit	Halbwertsbreite $\alpha\{211\}$ [°]	Kernhärte [HV0,5]
c)	53+2 HRC	< 2 %	3,34	541
f)	Austenitisierungstemperatur	< 2 %	3,32	527
e)	Langsames Abschrecken	< 2 %	1,73	393
d)	Tiefkühlen	< 2 %	1,72	402
g)	Lösungsglühen	< 2 %	1,70	527
b)	50+2 HRC	< 2 %	1,67	408
a)	48+2 HRC	< 2 %	1,34	345

*Tabelle 15: Ergebnisse der röntgenografischen Analyse der Vorwärmebehandlungsvarianten*

Zum Einstellen der geforderten Härte wurden die Anlasstemperaturen dem Anlassdiagramm entnommen (*Abbildung 30*). Dieses Diagramm kann jedoch nur als Anhaltspunkt dienen, da sich das Sekundärhärtemaximum abhängig von der Austenitisierungstemperatur und –dauer verschiebt. Außerdem hat die Anlassdauer einen Einfluss auf die Härte. Für die Härte von 48 HRC wurde eine Anlasstemperatur von 640 °C gewählt, für 50 HRC 620 °C und für 52 HRC 570 °C. Die erzielten Härten konnten aufgrund der Probengeometrie nur nach der Vickers-Methode gemessen werden, die Umrechnung in Rockwell erfolgte mit Hilfe von Härteumrechnungstabellen und Vergleichsmessungen am Untersuchungswerkstoff, weshalb die HRC-Werte nur eine Näherung darstellen. Dennoch kann festgestellt werden, dass die erzielten Härten deutlich unter den angestrebten Härten liegen. Die gewählten Anlasstemperaturen liegen unter den Versuchsbedingungen (dreimaliges Anlassen) bereits in dem Temperaturbereich, in dem die Härte stark abfällt.



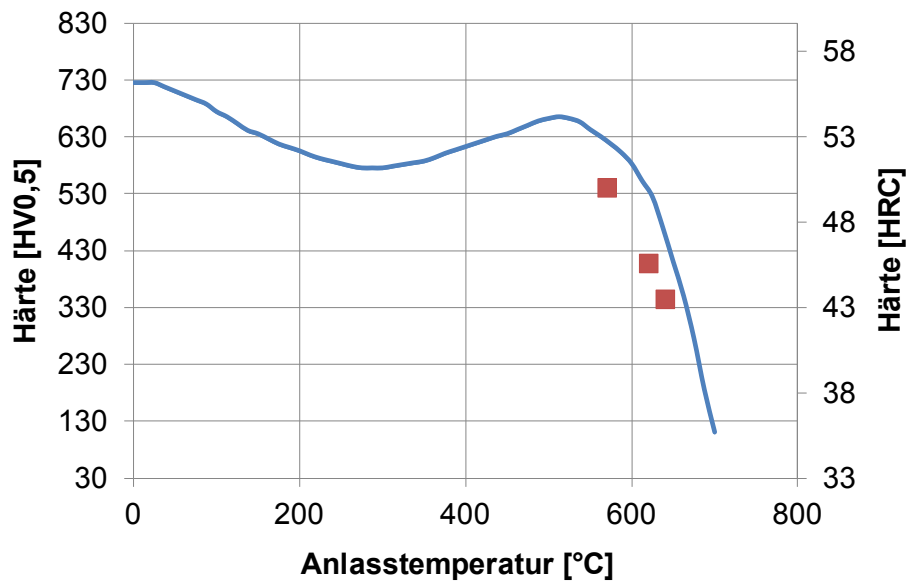
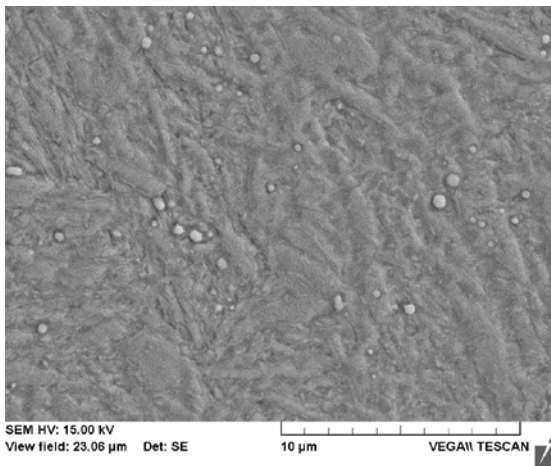


Abbildung 30: Anlassdiagramm nach [Som15] für X38CrMoV5-3 ( $T_A=1040\text{ °C}$  / Öl) und erreichte Härte in Abhängigkeit von der Anlasstemperatur

10 K/s



1 K/s

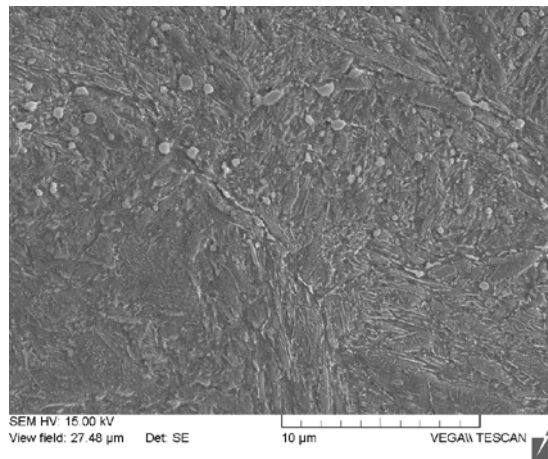
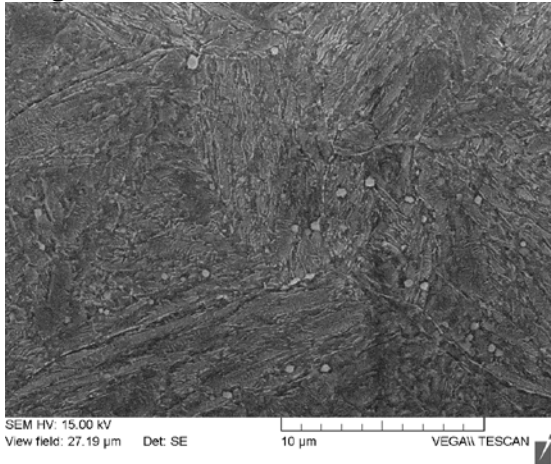


Abbildung 31: REM-Aufnahmen der Dilatometerproben nach unterschiedlich schnellem Abschrecken

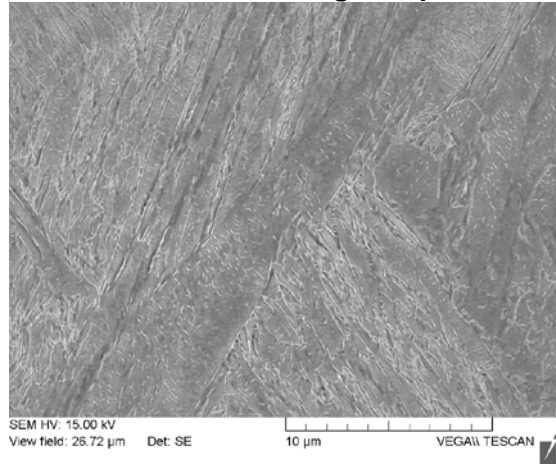
Die Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst die Intensität der Carbidbildung auf den Korngrenzen. In der Praxis werden unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeiten durch die Wahl des Abschreckmediums (z. B. Öl, Gas) erreicht. Am Abschreckdilatometer können unterschiedliche Abkühlintensitäten durch Gasabschrecken im Düsenfeld eingestellt werden. Bei den Versuchen wurde mit 1 K/s und mit 10 K/s abgeschreckt. In den REM-Aufnahmen in *Abbildung 31* sind die Sekundärkarbide zu erkennen, es gibt jedoch keine gravierenden Unterschiede in der Carbidausscheidung.

*Abbildung 32* zeigt weitere REM-Aufnahmen der Vorversuche. Durch Tiefkühlen entsteht ein feinerer Martensit. Bei der höheren Austenitisierungstemperatur werden die Carbide feiner ausgeschieden, sie sind auch bei der gewählten Vergrößerung im REM nicht zu erkennen. Auch durch das vorherige Lösungsglühen werden die Carbide sehr viel feiner ausgeschieden. Das durch das Lösungsglühen bedingte Kornwachstum ist für die Anwendung in der Praxis inakzeptabel, kann aber durch entsprechendes Kornfeinen anschließend korrigiert werden.

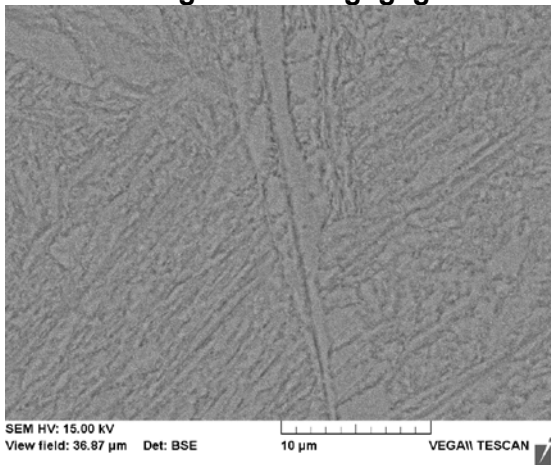
**tiefgekühlt**



**Höhere Austenitisierungstemperatur**



**Vor dem Vergüten lösungsgeglüht**



*Abbildung 32: REM-Aufnahmen nach den Varianten Tiefkühlen, höhere Austenitisierungstemperatur und Lösungsgeglühen*

## **5.2. Nitrierbehandlung**

In systematischen Versuchen wurden zunächst die Parameter zur Erzeugung unterschiedlicher Randschichten am Untersuchungswerkstoff X38CrMoV5-3 erarbeitet. Ziel war die Erzeugung von verbindungsschichtfreien Nitrierschichten mit unterschiedlicher Diffusionstiefe sowie von Nitrierschichten mit unterschiedlicher Verbindungsschichtdicke und -zusammensetzung.

### **5.2.1. Gasnitrieren und –nitrocarburieren**

#### **5.2.1.1. Gasnitrieren ohne Verbindungsschicht**

Um den Einfluss der Diffusionsschichtdicke auf die Lebensdauer der Schmiedegesenke zu untersuchen, sollten beim verbindungsschichtfreien Nitrieren unterschiedliche Diffusionsschichtdicken erzeugt werden. Um das zu erreichen, wurde bei kleiner Nitrierkennzahl mit unterschiedlicher Dauer nitriert. Die metallografischen Querschliffe des Werkstoffs X38CrMoV5-3 in *Abbildung 33* bestätigen, dass die Randschichten keine Verbindungsschicht aufweisen. Die Härteprofile (*Abbildung 34*) der drei Behandlungen fallen wie beabsichtigt sehr unterschiedlich aus. Nach der kurzen Behandlung ist in 70 µm Tiefe kaum noch eine Härtesteigerung im Vergleich zum Kern vorhanden. Nach der mittleren

Behandlungsdauer ist die Härte zu Beginn des Härteverlaufs deutlich höher, wenn auch nicht so hoch wie bei der längsten Behandlung. Die Einstellung unterschiedlicher Nitrierhärte-tiefen durch unterschiedliche Behandlungsdauern ist gelungen. Beim verbindungsschichtfreien Nitrieren läuft die Nitrierung aufgrund der geringeren Stickstoffverfügbarkeit beim verbindungsschichtfreien Nitrieren langsamer ab als beim Nitrieren mit Verbindungsschicht. Sollen höhere Nitrierhärte-tiefen erreicht werden, müsste die Nitrierdauer verlängert werden, was zu unwirtschaftlichen Behandlungen führen kann.

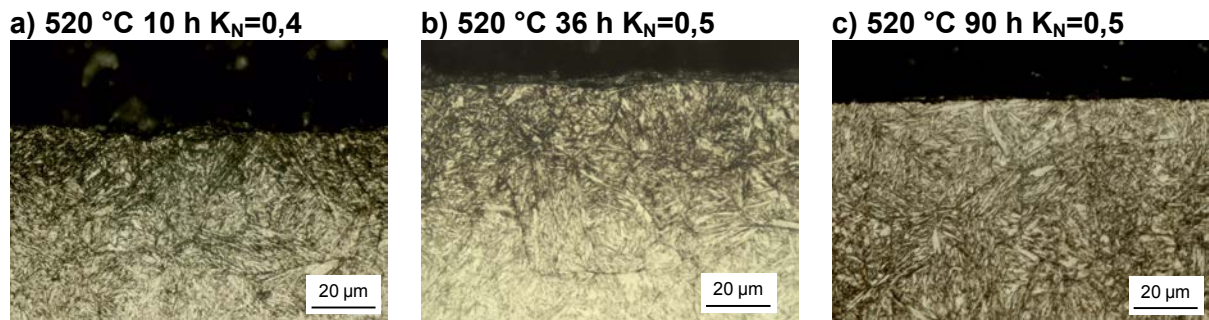


Abbildung 33: Metallografische Schliffbilder der verbindungsschichtfreien Randschichten beim Gasnitrieren

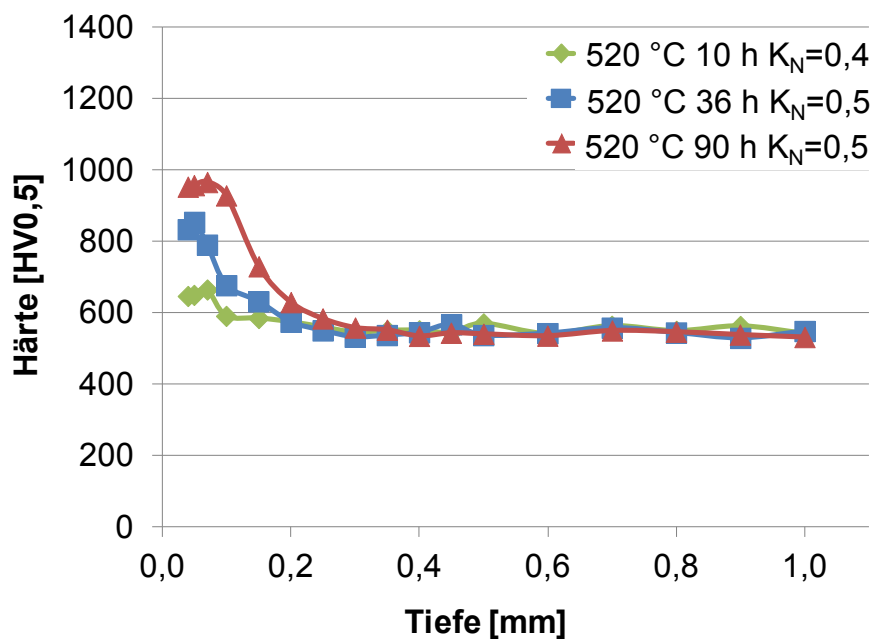


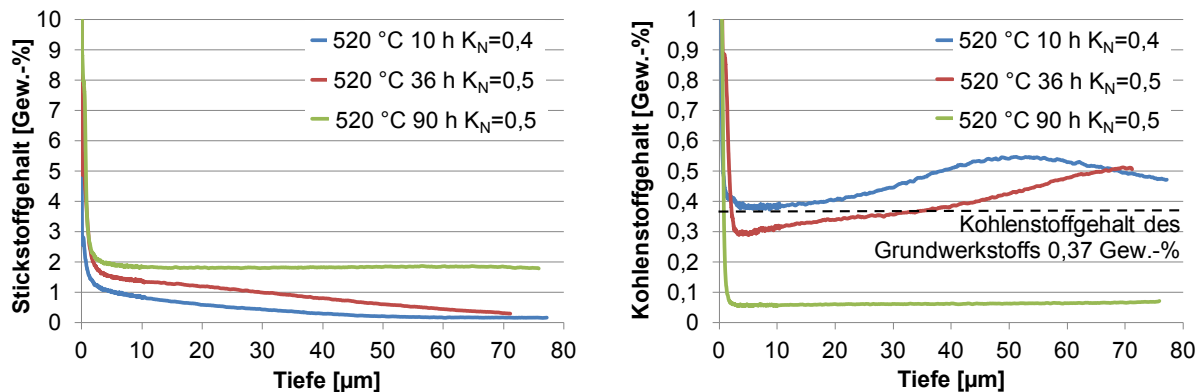
Abbildung 34: Härteverläufe der verbindungsschichtfreien Randschichten beim Gasnitrieren

T [°C]	t [h]	K <sub>N</sub>	NHD [mm]
520	10	0,4	0,11
520	36	0,5	0,18
520	90	0,5	0,24

Tabelle 16: Nitrierhärte-tiefen der verbindungsschichtfreien Randschichten beim Gasnitrieren

Abbildung 35 zeigt die Tiefenverläufe für die Elemente Stickstoff und Kohlenstoff. Da die Randschichten verbindungsschichtfrei sind, liegt der Stickstoffgehalt unterhalb der Grenze zum  $\gamma'$ -Nitrid, das gemäß seiner stöchiometrischen Zusammensetzung  $\text{Fe}_4\text{N}$  einen Stickstoffanteil von 5,88 Masse-% aufweist. Die drei Behandlungsvarianten unterscheiden sich im Wesentlichen durch die Behandlungsdauer. Während der kurzen Nitrierdauer von

zehn Stunden stellt sich in der Ausscheidungsschicht ein kontinuierlich abfallendes Stickstoffprofil ein. Auch nach den 36 Stunden fällt das Profil kontinuierlich ab, wobei der Stickstoffgehalt insgesamt über dem der kürzeren Behandlung liegt. Nach der langen Behandlungsdauer von 90 Stunden hat sich im Bereich der ersten 70  $\mu\text{m}$  eine konstante Konzentration von etwa 2 Masse-% Stickstoff eingestellt. Der Kohlenstoffgehalt im Randbereich der Ausscheidungsschicht nimmt mit zunehmender Nitrierdauer durch Effusion und eine Kohlenstoffumverteilung ab. Durch die Kohlenstoffverarmung bilden sich bei den verbindungsschichtfreien Behandlungen im Randbereich keine Zementitausscheidungen an den Korngrenzen (vgl. *Abbildung 33*).

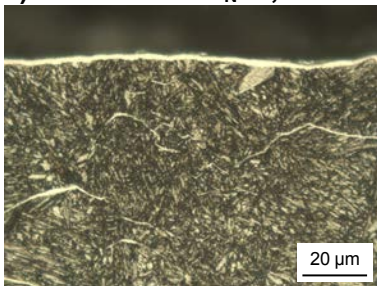


*Abbildung 35: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der verbindungsschichtfreien Randschichten beim Gasnitrieren*

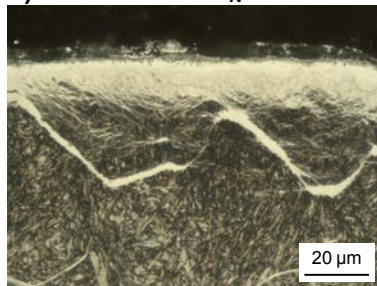
#### 5.2.1.2. Gasnitrieren mit Verbindungsschicht

Beim Gasnitrieren mit Verbindungsschicht sollten in erster Linie Verbindungsschichten unterschiedlicher Zusammensetzung und Dicke erzeugt werden, aber auch unterschiedliche Diffusionsschichtdicken.

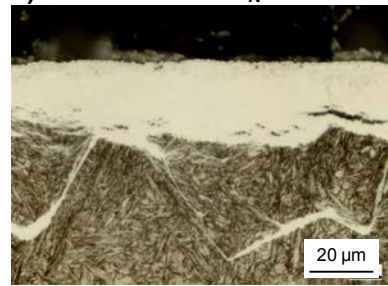
**a) 520 °C 30 h  $K_N=1,4$**



**b) 520 °C 30 h  $K_N=3$**



**c) 520 °C 150 h  $K_N=3$**



*Abbildung 36: Metallografische Schliffbilder der Randschichten mit Verbindungsschicht beim Gasnitrieren*

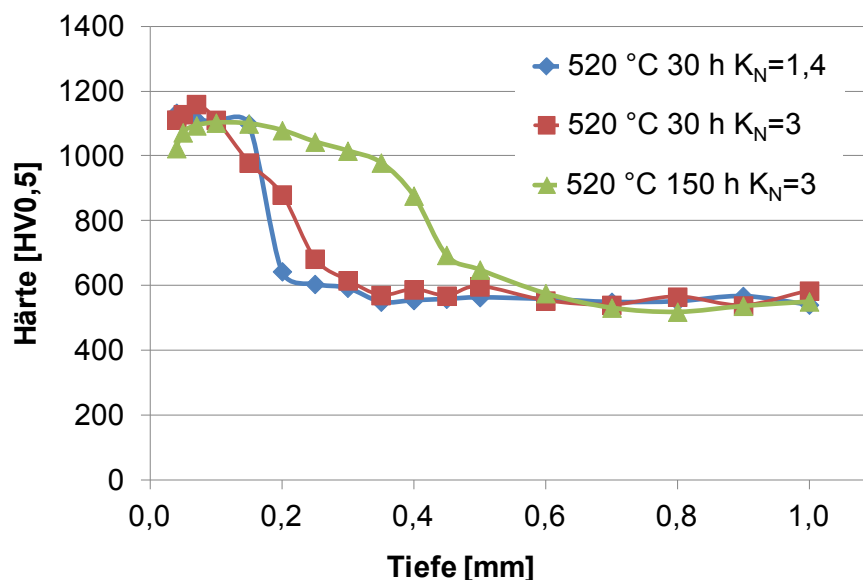
*Abbildung 36* zeigt die Verbindungsschichten nach dem Gasnitrieren des Werkstoffs X38CrMoV5-3. Mit Hilfe der gewählten Behandlungen konnten eine sehr dünne porenfreie Verbindungsschicht und zwei dickere Verbindungsschichten mit einem Porensaum erzeugt werden. Die Werte für die Verbindungsschicht- und Porensaumdicke sind *Tabelle 17* zu entnehmen. Das Ziel, drei unterschiedliche Verbindungsschichten zu erzeugen, wurde erreicht. Bezüglich der Zementitausscheidungen unterhalb der Verbindungsschicht ist zu beobachten, dass diese mit zunehmender Nitrierkennzahl und zunehmender Nitrierdauer breiter und länger werden und dichter an die Oberfläche rücken, da die Dauer der anfänglichen Abkühlung mit steigender Nitrierkennzahl abnimmt.



Die Härteverläufe und die zugehörigen Nitrierhärte-tiefen zeigen *Abbildung 37* und *Tabelle 17*. Die Behandlungen mit einer Nitrierdauer von 30 Stunden sollten eine ähnliche Nitrierhärte-tiefe aufweisen, da die Behandlungsdauer und –temperatur in beiden Fällen dieselben waren. Da die Härte bei der Behandlung mit der höheren Nitrierkennzahl jedoch flacher abfällt, ergibt sich eine etwas höhere Nitrierhärte-tiefe.

T [°C]	t [h]	K <sub>N</sub>	CLT [μm]	σ <sub>CLT</sub> [μm]	CLT <sub>p</sub> [μm]	σ <sub>p</sub> [μm]	NHD [mm]
520	30	1,4	1,9	0,4	0	0	0,27
520	30	3	12,6	2,2	1,7	0,7	0,33
520	150	3	21,2	4,0	3,9	1,4	0,60

*Tabelle 17: Nitrierhärte-tiefen und Verbindungsschichtdicken der Randschichten mit Verbindungsschicht beim Gasnitrieren*



*Abbildung 37: Härteverläufe der Randschichten mit Verbindungsschicht beim Gasnitrieren*

*Abbildung 38* zeigt die Tiefenverläufe für die Elemente Stickstoff und Kohlenstoff. Bei der Behandlung mit dem Ziel einer  $\gamma'$ -Verbindungsschicht ist diese so dünn, dass nur der Übergang zur Diffusionsschicht in den auswertbaren Bereich der GDOES-Messung fällt. Nach den Behandlungen mit dem Ziel einer  $\epsilon$ -Verbindungsschicht wurde in den ersten 1-2  $\mu\text{m}$  tatsächlich ein sehr hoher Stickstoffgehalt gemessen. Aufgrund des Einschwingvorgangs und der Probenrauigkeit ist die GDOES-Messung in diesem Bereich jedoch nicht zuverlässig. Der Kohlenstoffgehalt ist in diesem Bereich an seinem Minimum von etwa 0,2 Masse-%. Daran schließt sich bei beiden Varianten ein mehr oder weniger ausgeprägtes Plateau bei 7-7,5 Masse-% Stickstoff an. Bei Reineisen würde diese Konzentration der Existenz von  $\epsilon$ -Nitrid entsprechen. Da es sich bei dem Untersuchungswerkstoff jedoch um einen mit Nitrid bildenden Elementen legierten Stahl handelt, wird ein Teil des Stickstoffs für die Bildung von Legierungselementnitriden benötigt, sodass hier wahrscheinlich  $\gamma'$ - und  $\epsilon$ -Nitrid gemischt vorliegen. Der Kohlenstoffgehalt in dem Bereich des Stickstoffplateaus hat mit ca. 0,4 Masse-% sein Maximum, was auch für die

Existenz von  $\epsilon$ -Nitrid spricht, da nur diese Nitridphase die notwendige hohe Löslichkeit für Kohlenstoff hat.

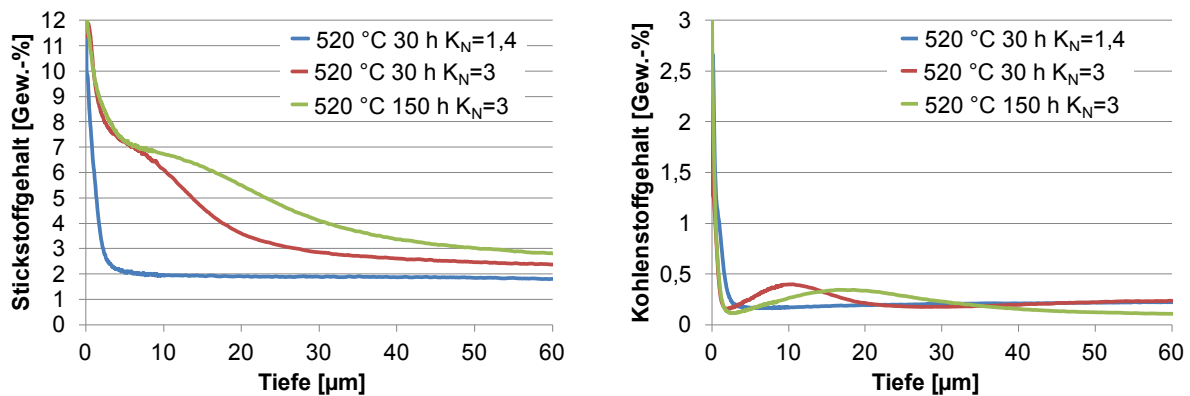
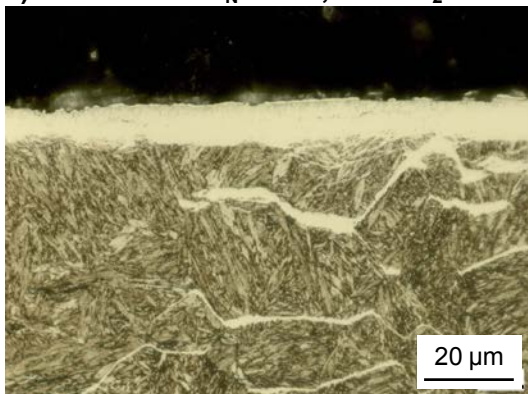


Abbildung 38: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten mit Verbindungsschicht beim Gasnitrieren

### 5.2.1.3. Gasnitrocarburieren

Beim Gasnitrocarburieren sollten kohlenstoffreiche  $\epsilon$ -Verbindungsschichten mit unterschiedlicher Ausscheidungsschichtdicke darunter erzeugt werden. Die Versuche wurden – wie beim Nitrocarburieren üblich – im Vergleich zu den Nitrierbehandlungen bei einer höheren Temperatur von 550 °C durchgeführt. *Abbildung 39* zeigt die Verbindungsschichten nach dem Nitrocarburieren im metallografischen Querschliff. Beide Verbindungsschichten weisen im oberflächennahen Bereich einen Porensaum auf. Da die Behandlungstemperatur nur 30 °C unter der Anlasstemperatur des Werkstoffes X38CrMoV5-3 liegt, können insbesondere bei langen Behandlungen Anlasseffekte auftreten.

a) 550 °C 25 h  $K_N=2$  + 2,5 %  $\text{CO}_2$



b) 550 °C 90 h  $K_N=1$  + 2,5 %  $\text{CO}_2$

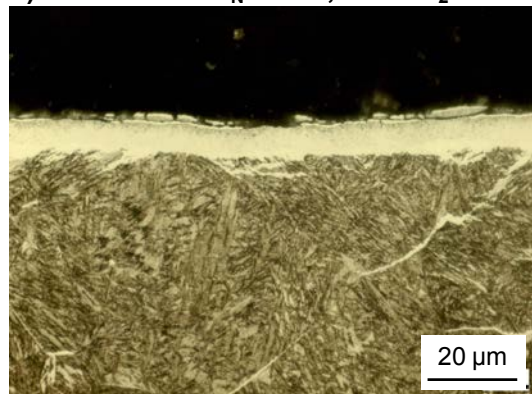


Abbildung 39: Metallografische Schliffbilder der Randschichten beim Gasnitrocarburieren

Die Härteverläufe der beiden Nitrocarburierbehandlungen unterscheiden sich trotz der sehr unterschiedlichen Behandlungsdauern wenig (*Abbildung 40*). Bei der 90stündigen Behandlung wurde aufgrund der längeren Behandlungsdauer eine höhere Nitrierhärte erzielt (*Tabelle 18*). Die Kernhärte hat wie erwartet bei dieser Behandlung durch das Langzeitanlassen während des Nitrierens etwas abgenommen. Durch Absenken der Temperatur kann eine höhere Kernhärte erzielt werden, allerdings verlängert sich dann auch die Behandlungsdauer, wenn eine vergleichbare Nitrierhärte erreicht werden soll.

T [°C]	t [h]	K <sub>N</sub>	CO <sub>2</sub> [%]	CLT [μm]	σ <sub>CLT</sub> [μm]	CLT <sub>p</sub> [μm]	σ <sub>p</sub> [μm]	NHD [mm]
550	25	2	2,5	10,6	2,7	3,1	1,0	0,26
550	90	1	2,5	8,0	2,2	3,4	1,3	0,32

Tabelle 18: Nitrierhärtetiefen und Verbindungsschichtdicken der Randschichten beim Gasnitrocarburieren

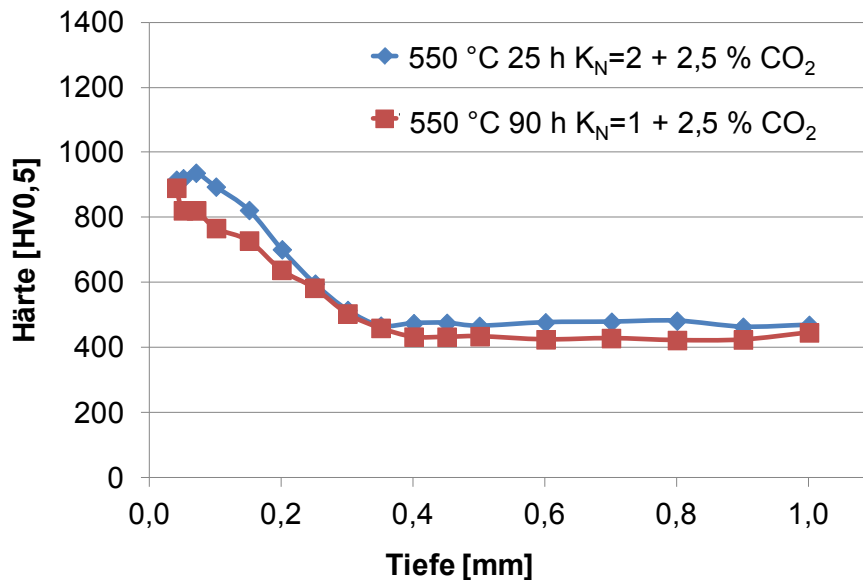


Abbildung 40: Härteverläufe der Randschichten beim Gasnitrocarburieren

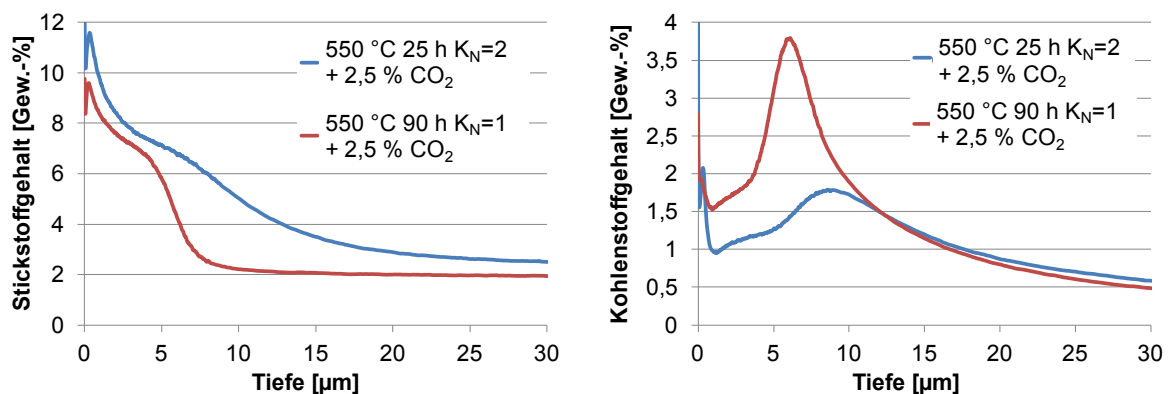


Abbildung 41: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten beim Gasnitrocarburieren

Die Stickstoffverläufe (Abbildung 41) der Nitrocarburierbehandlungen unterscheiden sich entsprechend der unterschiedlichen Nitrierkennzahlen. Bei der 25stündigen Behandlung mit einer Nitrierkennzahl von  $K_N=2$  ist die Verbindungsschicht stickstoffreicher als bei der 90stündigen Behandlung mit  $K_N=1$ . Die Verläufe teilen sich wie beim Gasnitrieren mit Verbindungsschicht (Abbildung 38) in einen randnahen Bereich mit einem hohen Stickstoffgehalt (ca. 11,5 Masse-% bzw. ca. 9,5 Masse-%) und einen plateauähnlichen Bereich mit einem geringeren Stickstoffgehalt (ca. 7,5 Masse-%). Der Kohlenstoffgehalt in der Verbindungsschicht ist bei der langen Behandlung höher als bei der kürzeren. Im stickstoffreichen Teil der Verbindungsschicht beträgt er nach dem 90stündigen

Nitrocarburieren etwa 1,5 Masse-%, in dem darunter liegenden Teil bis zu 3,7 Masse-%. Dieser hohe Kohlenstoffgehalt deutet darauf hin, dass hier Zementit entstanden ist, der das Verbindungsschichtwachstum behindert hat. Nach der 25stündigen Behandlung liegen im oberen Teil der Verbindungsschicht ca. 1 Masse-% Kohlenstoff vor. Dieser Wert steigt mit zunehmender Tiefe auf ca. 1,7 Masse-% an.

### 5.2.2. Niederdruckgasnitrieren

Beim Niederdruckgasnitrieren wurden in systematischen Versuchen die Parameter Druck, Verdünnung und Begasungsmenge variiert, um den Einfluss auf die Schichtausbildung zu untersuchen. Die Ergebnisse nach dem Niederdruckgasnitrieren sind in *Tabelle 19*, *Abbildung 42* und *Abbildung 43* dargestellt. Das 24stündige Nitrieren bei 520 °C und 400 mbar führte zu einer Nitrierhärte tiefe von 0,19 mm und einer im Mittel 2,3 µm dicken Verbindungsschicht. Bei einer 50 %igen Verdünnung des Prozessgases mit Stickstoff betrug die Nitrierhärte tiefe für sonst gleiche Behandlungsparameter nur noch 0,10 mm und es wurde keine Verbindungsschicht gebildet. Bei weiterer Verdünnung bis auf 20 % NH<sub>3</sub> ist im Bereich der Härtemessung keine Härte steigerung zu beobachten. Der oberflächennahe Bereich im Querschliff ätzt dunkel an (vgl. *Abbildung 43*), was bedeutet, dass eine Nitrierung stattgefunden hat. Die Nitrierhärte tiefe muss demnach kleiner als 0,04 mm sein.

Variante	CLT [µm]	$\sigma_{CLT}$ [µm]	NHD [mm]
100 % NH <sub>3</sub>	2,3	0,4	0,19
50 % NH <sub>3</sub>	0	0	0,10
20 % NH <sub>3</sub>	0	0	< 0,04
Referenzversuch (Normaldruckgasnitrieren)	10,1	1,0	0,26
Wdh. 100 % NH <sub>3</sub> (höhere Begasungsmenge)	8,3	1,4	0,25

*Tabelle 19: Nitrierhärte tiefen und Verbindungsschichtdicken beim Niederdruckgasnitrieren*

Die Stickstoffverläufe in *Abbildung 44* entsprechen den bisherigen Beobachtungen: Beim Niederdrucknitrieren mit 20 % NH<sub>3</sub> und 50 % NH<sub>3</sub> reicht das Stickstoffangebot nicht aus, um eine Verbindungsschicht zu bilden. Die zugehörigen Kohlenstoffverläufe zeigen eine Entkohlung im Randbereich. Bei einer Begasung mit 100 % NH<sub>3</sub> wurde eine dünne Verbindungsschicht mit 8-9 Masse-% Stickstoff gebildet. Der Kohlenstoffgehalt liegt im Bereich der Verbindungsschicht bei etwa 0,5 Masse-%.

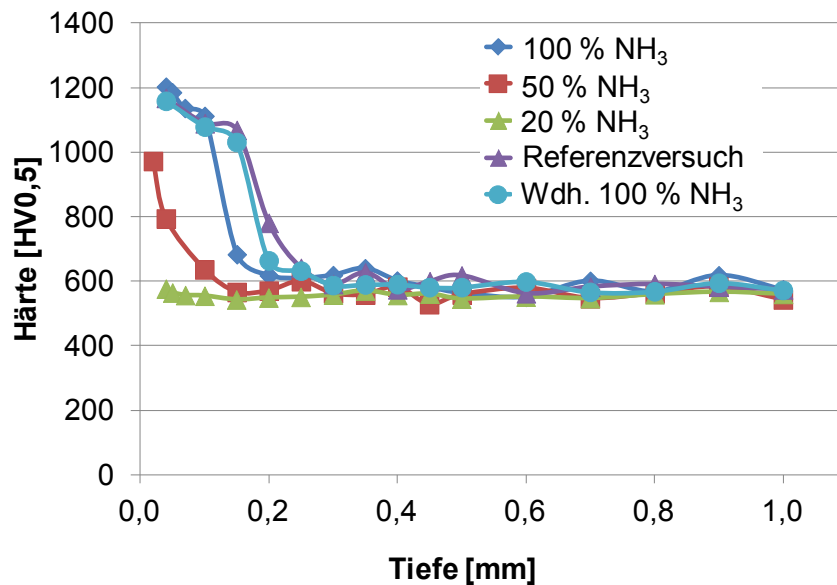


Abbildung 42: Härteverläufe beim Niederdruckgasnitrieren

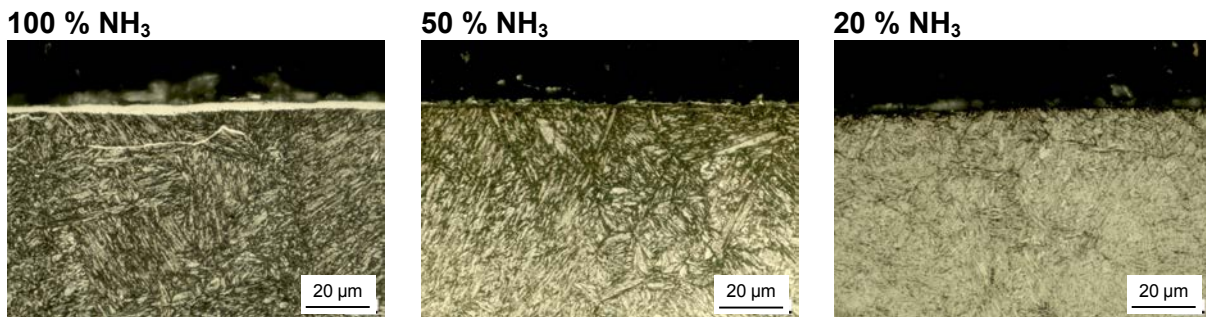


Abbildung 43: Metallografische Schliffbilder der Randschichten beim Niederdruckgasnitrieren

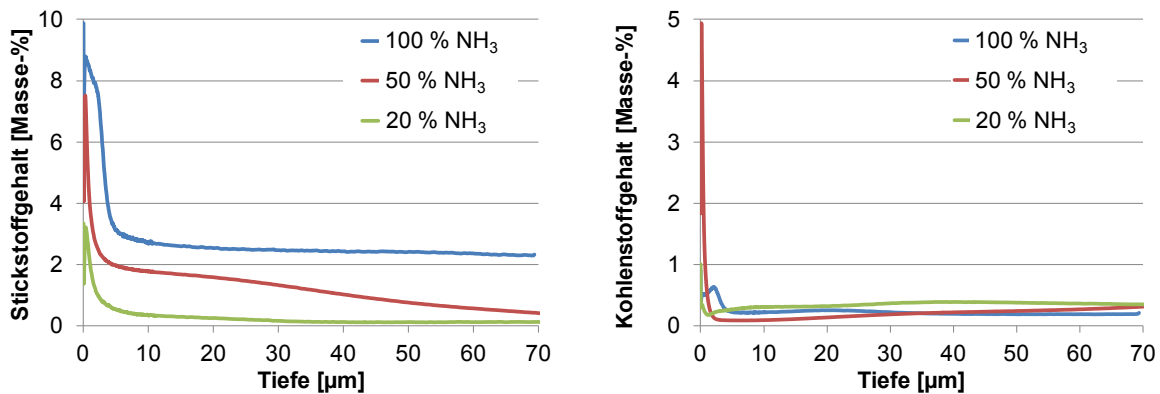
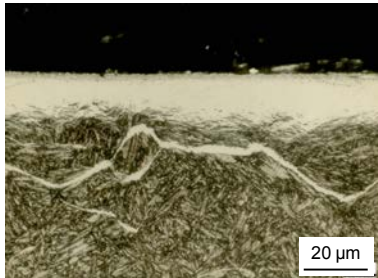


Abbildung 44: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten beim Niederdruckgasnitrieren

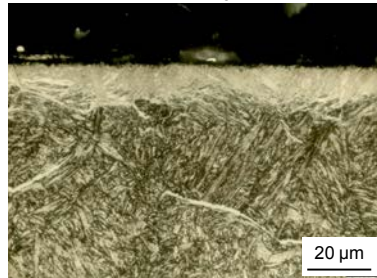
Im Vergleich zu einem Referenzversuch bei Normaldruck in der Gasnitrocarburieranlage ist ein deutlicher Unterschied zu erkennen. Die Randhärte ist etwa gleich (vgl. *Abbildung 42*), bei Normaldruck ist jedoch mit 0,26 mm eine größere Nitrierhärte tiefe erzielt worden (vgl. *Tabelle 19*). Auch die Verbindungsschicht ist mit 8,3 µm im Mittel deutlich dicker. Da die NH<sub>3</sub>-Begasungsmenge bei den Versuchen im Niederdruck nur 150 l/h betrug und bei dem Versuch unter Normaldruck 500 l/h, wurde der Versuch im Niederdruck mit derselben Begasungsmenge wie unter Normaldruck wiederholt. Bei diesem Versuch konnte ein vergleichbares Härteergebnis zum Normaldruck erzielt werden (vgl. *Abbildung 42* und *Tabelle 19*). Die Verbindungsschicht hat ebenfalls eine vergleichbare Dicke (vgl. *Tabelle 19*).

und *Abbildung 45*). Auch die mit GDOES ermittelten Elementtiefenverläufe sind nach dem Nitrieren bei Normal- und Niederdruck vergleichbar (*Abbildung 46*), auch wenn beide Gehalte beim herkömmlichen Gasnitrieren etwas höher liegen als beim Niederdruckgasnitrieren. Bei Verwendung gleicher Begasungsmengen können demnach beim Niederdrucknitrieren vergleichbare Nitrierergebnisse wie beim konventionellen Gasnitrieren erzielt werden.

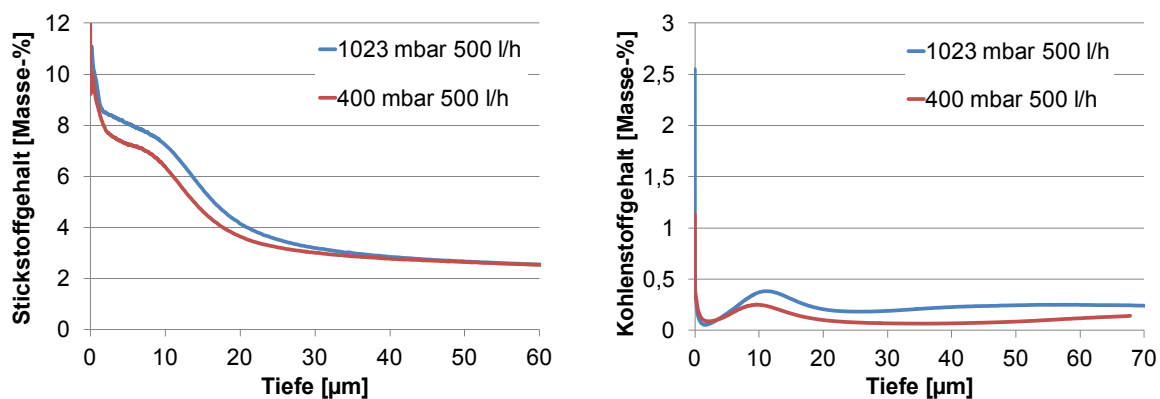
#### Referenzversuch



#### Wdh. 100 % NH<sub>3</sub>



*Abbildung 45:*  
Metallografische Schliffbilder  
der Randschichten beim  
Normal- und  
Niederdruckgasnitrieren



*Abbildung 46: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten beim Normal- und Niederdruckgasnitrieren*

### 5.2.3. Plasmanitrieren und –nitrocarburieren

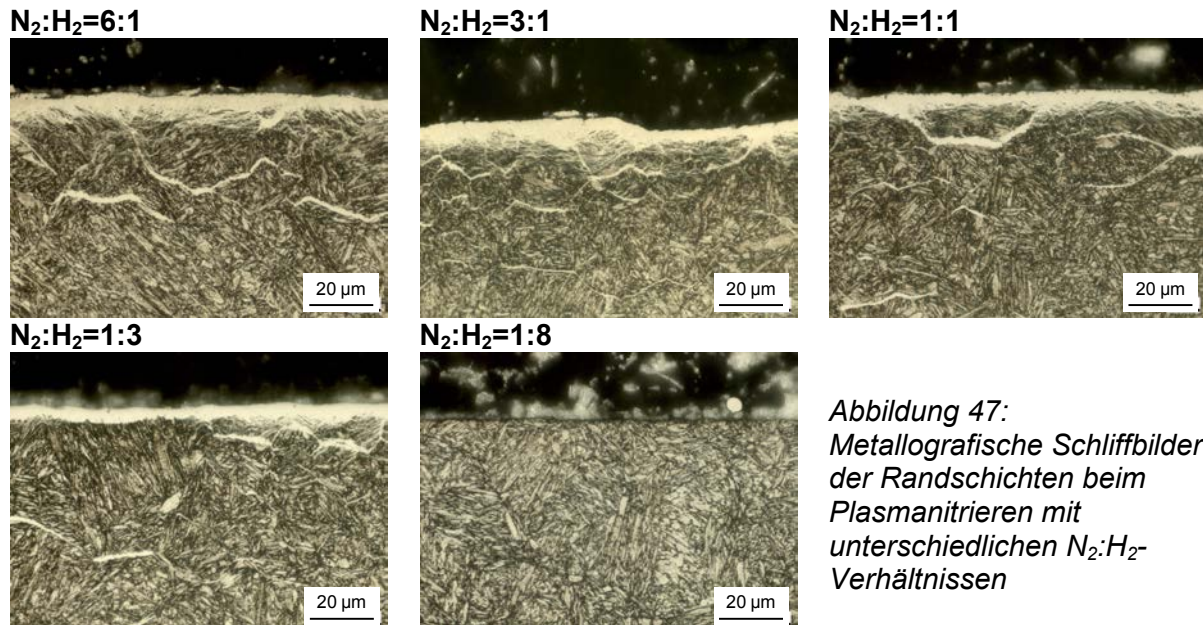
Die Voruntersuchungen zum Plasmanitrieren und –nitrocarburieren dienten zur Bestimmung der Behandlungsparameter für die Werkzeugbehandlungen. In systematischen Versuchen wurden deshalb die Einflussgrößen Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnis, Nitrierdauer, Nitriertemperatur und Plasmaanlage beim Nitrieren und Anteil des Kohlenstoffspenders beim Nitrocarburieren auf die Ausbildung der Nitrierschicht untersucht. Die Ergebnisse werden im Folgenden dargestellt und diskutiert.

#### 5.2.3.1. Einfluss des Verhältnis N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>

*Abbildung 47* zeigt die plasmanitrierten Randschichten im metallografischen Querschliff. Wie beabsichtigt ist bei der Behandlung mit dem hohen Wasserstoffanteil (N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=1:8) keine Verbindungsschicht entstanden. Die Verbindungsschichtdicken der Varianten mit unterschiedlichen Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnissen sind in *Tabelle 20* dargestellt. Die Mittelwerte der Varianten 1 bis 4 sind sehr ähnlich und es lässt sich kaum Einfluss der Gasmischung auf die Schichtdicke feststellen. Allerdings streuen die Verbindungsschichtdicken auf einer Probe sehr, sodass die mittlere Verbindungsschichtdicke



abhängig von den einzelnen Messpositionen variieren kann. Zudem ist der Übergang zwischen Verbindungsschicht und Ausscheidungsschicht in einigen Fällen schwierig zu erkennen, da die Zementitausscheidungen entlang der Korngrenzen im geätzten Schliff ebenfalls weiß erscheinen.



*Abbildung 47:  
Metallografische Schliffbilder  
der Randschichten beim  
Plasmanitrieren mit  
unterschiedlichen  $N_2:H_2$ -  
Verhältnissen*

Die ermittelten Nitrierhärte-tiefen nach dem Plasmanitrieren mit unterschiedlichen Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnissen zeigt *Tabelle 20*. Die Behandlungen führten wie erwartet zu sehr ähnlichen Nitrierhärte-tiefen, da die Stickstoffdiffusion im Wesentlichen von der Nitriertemperatur und -dauer abhängig ist. Das Verhältnis von Stickstoff und Wasserstoff spielt für die Nitrierhärte-tiefe nur dann eine Rolle, wenn das Stickstoffangebot zu niedrig ist, um die Diffusionsschicht zu sättigen. Dann findet der Aufbau der Nitrierschicht langsamer statt, was sich - wie im Fall  $N_2:H_2=1:8$  - in einer geringeren Nitrierhärte-tiefe äußert. Die Nitrierhärte-tiefe der Behandlung mit  $N_2:H_2=3:1$  ist mit 0,37 mm etwas höher als nach den anderen Behandlungen. Das liegt daran, dass die Kernhärte und damit auch die Grenzhärte dieser Probe 30-40 HV0,5 unter denen der anderen Proben lag.

$N_2:H_2$	CLT [µm]	$\sigma_{CLT}$ [µm]	NHD [mm]
6:1	5,9	2,0	0,30
3:1	5,7	2,6	0,37
1:1	5,6	1,1	0,29
1:3	4,9	0,7	0,29
1:8	0	0	0,19

*Tabelle 20: Nitrierhärte-tiefen und  
Verbindungsschichtdicken beim Plasmanitrieren mit  
unterschiedlichen  $N_2:H_2$ -Verhältnissen*

Die zugehörigen Härteverläufe sind in *Abbildung 48* dargestellt. Die Härteprofile sind für die Versuche mit unterschiedlichen Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnissen sehr ähnlich. Auch die Behandlung mit der höheren Nitrierhärte-tiefe weist ein ähnliches Härteprofil wie die anderen Versuche auf. Eine Ausnahme bildet aus den oben genannten Gründen die Variante mit dem Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnis von 1:8.

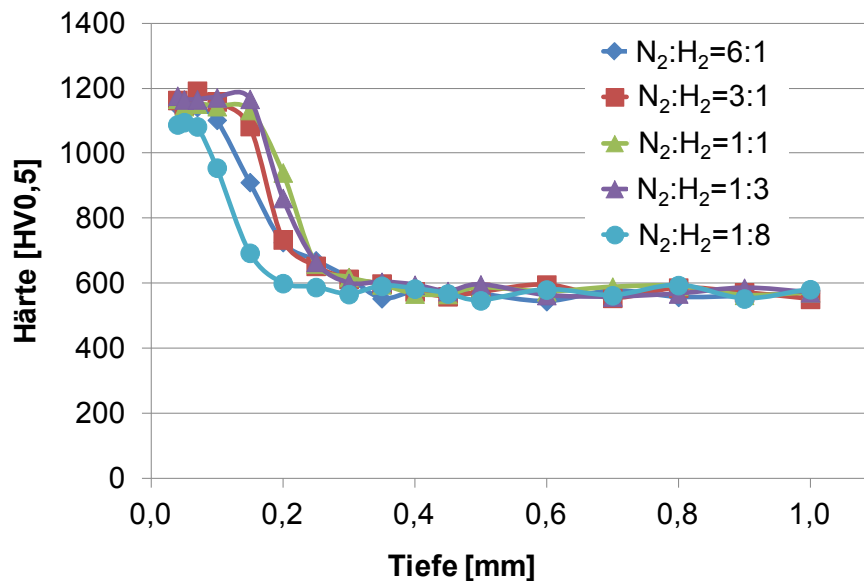


Abbildung 48: Härteverläufe beim Plasmanitrieren mit unterschiedlichen  $N_2:H_2$ -Verhältnissen

Abbildung 49 zeigt die Tiefenverläufe für die Elemente Stickstoff und Kohlenstoff. Die Stickstoffverläufe der Proben mit Verbindungsschicht verlaufen im Bereich dieser ähnlich. In den ersten 1-2  $\mu\text{m}$  liegt der Stickstoffgehalt bei 9-10 Masse-%. Die hier gebildeten  $\epsilon$ -Nitride sind stickstoffärmer als beim Gasnitrieren mit Verbindungsschicht, wo der Stickstoffgehalt im randnahen Bereich 11-12 Masse-% beträgt (vgl. Abbildung 38). Der Kohlenstoffgehalt hat in diesem Bereich sein Minimum, das mit ca. 0,07 Masse-% ebenfalls unter dem Wert beim Gasnitrieren (0,2 Masse-%) liegt (vgl. Abbildung 38). An den stickstoffreichen Bereich schließt sich wie beim Gasnitrieren mit Verbindungsschicht ein plateauähnlicher Bereich bei etwa 7,5 Masse-% Stickstoff an. Obwohl dieser Gehalt dem  $\epsilon$ -Nitrid entspricht, ist wie beim Gasnitrieren hier davon auszugehen, dass  $\gamma'$ - und  $\epsilon$ -Nitrid gemischt vorliegen, da ein Teil des Stickstoffs durch Nitrid bildende Legierungselemente wie Cr, Mo und V gebunden wird. Der Kohlenstoffgehalt erreicht zum Ende des Plateaus sein Maximum bei ca. 0,15 Masse-%. Beim Gasnitrieren liegt der Kohlenstoffgehalt bei maximal 0,4 Masse-% (vgl. Abbildung 38). In Summe ist der Gehalt von Stickstoff und Kohlenstoff geringer. Der Abfall des Stickstoffgehalts am Übergang zur Ausscheidungsschicht ist umso flacher, je größer das Stickstoffangebot während der Behandlung war. Das bedeutet, dass der Übergang zur Diffusionsschicht weniger scharf abgegrenzt ist (vgl. Abbildung 47). Gleichzeitig nimmt auch die Breite des Kohlenstoffmaximums am Übergang zwischen der Verbindungs- und der Ausscheidungsschicht zu. Bei der Variante mit dem hohen Wasserstoffanteil ( $N_2:H_2=1:8$ ) liegt der Stickstoffgehalt im Randbereich mit 5 Masse-% knapp unter der Grenze zum  $\gamma'$ -Nitrid, was bedeutet, dass nicht genug Stickstoff für die Bildung einer geschlossenen Verbindungsschicht vorliegt (vgl. Abbildung 47). Der Stickstoffgehalt fällt anschließend innerhalb der ersten 5-10  $\mu\text{m}$  auf eine Konzentration von etwa 2 Masse-%. Dieser Wert stellt sich auch beim verbindungsschichtfreien Gasnitrieren ein (vgl. Abbildung 35). Die Ausscheidungsschicht der verbindungsschichtfreien Behandlung ist wie beim Gasnitrieren kohlenstoffarm (vgl. Abbildung 35). Durch den niedrigen Kohlenstoffgehalt bilden sich keine Zementitausscheidungen an den Korngrenzen (vgl. Abbildung 47).



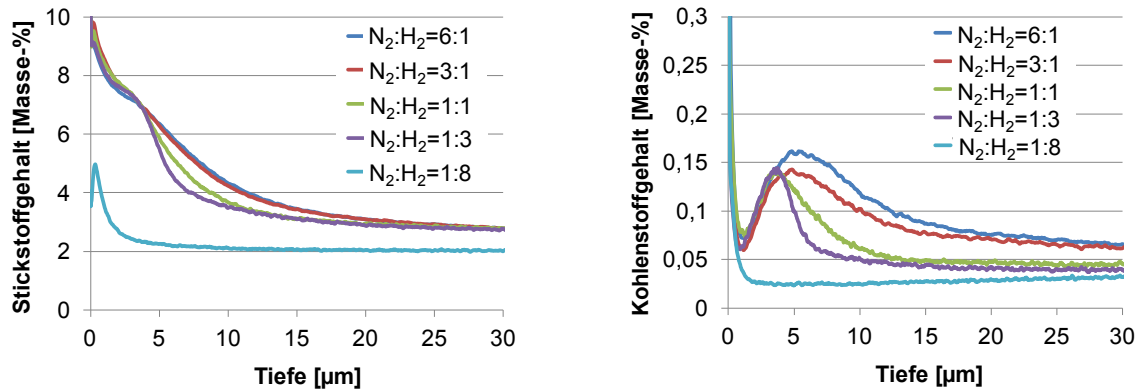
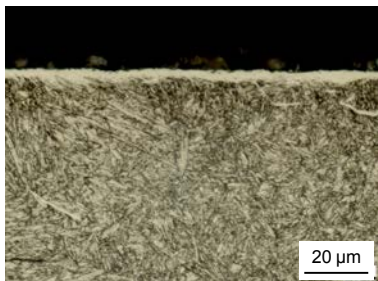


Abbildung 49: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten beim Plasmanitrieren mit unterschiedlichen  $N_2:H_2$ -Verhältnissen

### 5.2.3.2. Einfluss der Nitrierdauer

Zum Einstellen unterschiedlicher Nitrierhärte-tiefen wurden neben den im vorherigen Abschnitt diskutierten Behandlungen mit einer Dauer von 32 Stunden Versuche mit kürzerer (8 h) und längerer Nitrierdauer (120 h) durchgeführt. Die Verbindungsschichten sind in *Abbildung 50* zu sehen. Mit zunehmender Behandlungsdauer wächst die Verbindungsschicht (vgl. auch *Tabelle 21*). Insgesamt sind die Verbindungsschichten aber deutlich dünner als nach vergleichbaren Behandlungen im Gas (vgl. *Abbildung 36*, *Tabelle 17*). Bei kürzerer Behandlungsdauer entstehen an den Korngrenzen unter der Verbindungsschicht weniger bzw. nur kleinere Zementitausscheidungen.

8 h



120 h

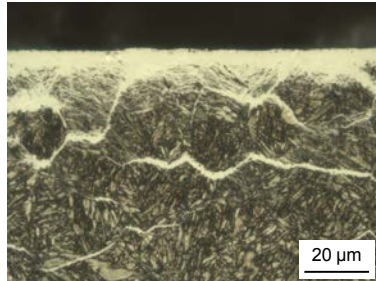


Abbildung 50: Metallografische Schliffbilder der Randschichten beim Plasmanitrieren mit unterschiedlicher Nitrierdauer

Wie zu erwarten war, nimmt die Nitrierhärte-tiefe mit zunehmender Nitrier- und damit Diffusionsdauer zu (*Tabelle 21*). Die Härteverläufe in *Abbildung 51* zeigen, dass die Härte bei langen Nitrierdauern sowohl im Bereich der Ausscheidungsschicht als auch im Kern durch eine Vergrößerung des Gefüges (infolge des Langzeitanlassens) geringer ist, als bei kurzen Nitrierdauern. Zum Vergleich ist hier die Behandlung mit einer Nitrierdauer von 32 Stunden ebenfalls aufgetragen.

t [h]	CLT [µm]	$\sigma_{CLT}$ [µm]	NHD [mm]
8	4,1	1,3	0,19
120	7,0	1,3	0,53

Tabelle 21: Nitrierhärte-tiefen und Verbindungsschichtdicken beim Plasmanitrieren mit unterschiedlicher Nitrierdauer

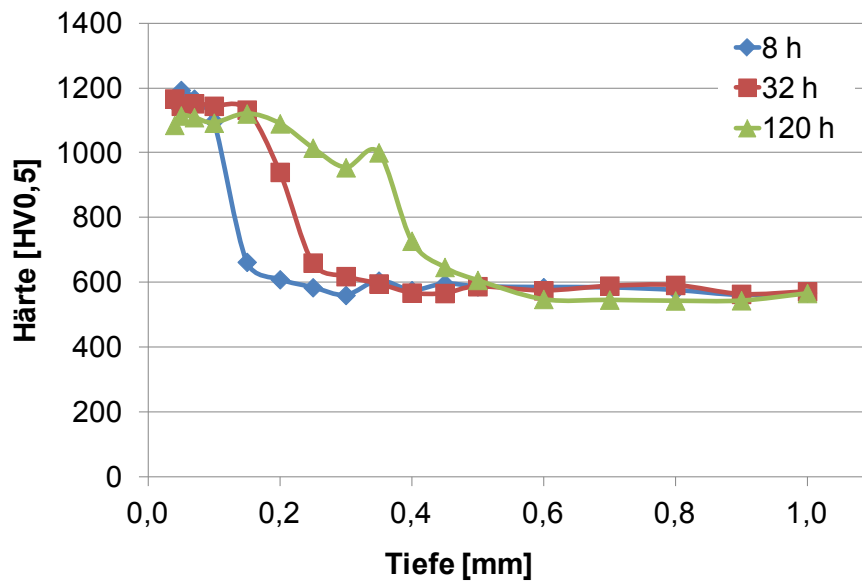


Abbildung 51: Härteverläufe beim Plasmanitrieren mit unterschiedlicher Nitrierdauer

Der Stickstoffgehalt in Randnähe (Abbildung 52) liegt nach acht bzw. 120 Stunden wie bei den 32stündigen Behandlungen bei 9-10 Masse-% und steigt mit zunehmender Nitrierdauer. Gleichzeitig wird das Kohlenstoffminimum mit der Behandlungsdauer kleiner. Im darunter liegenden Bereich liegt der Stickstoffgehalt nach der 120stündigen Behandlung nur bei etwa 7 Masse-% während er bei den beiden kürzeren Behandlungen um die 7,5 Masse-% beträgt. Das Kohlenstoffmaximum am Ende der Verbindungsschicht nimmt mit der Behandlungsdauer ab. Mit zunehmender Nitrierdauer werden die Stickstoffverläufe durch einen weniger scharf abgegrenzten Übergang zur Diffusionsschicht (vgl. Abbildung 50) flacher. Die Kohlenstoffverarmung an der Oberfläche reicht umso mehr in die Tiefe, je länger die Nitrierdauer ist.

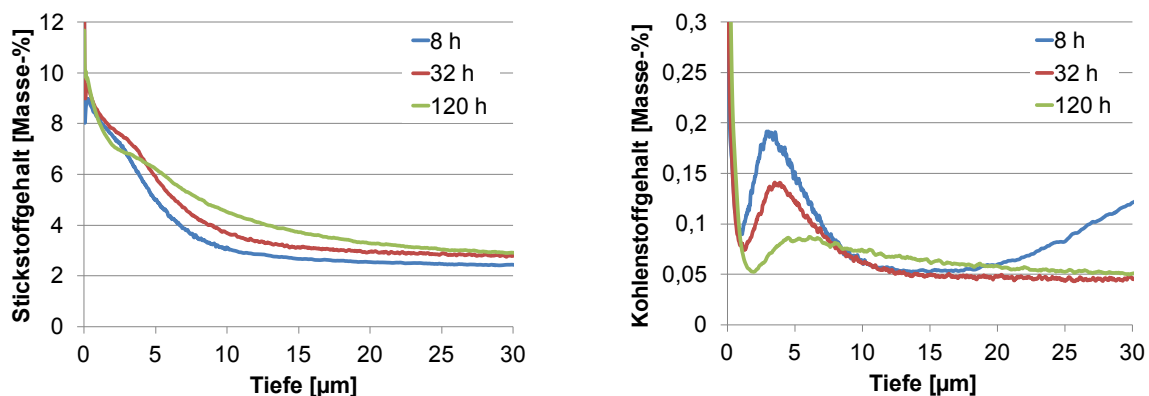


Abbildung 52: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten beim Plasmanitrieren mit unterschiedlicher Dauer

### 5.2.3.3. Einfluss der Nitriertemperatur

Eine Erhöhung der Nitriertemperatur hat einen schnelleren Schichtaufbau zur Folge, da die Diffusion bei höheren Temperaturen schneller abläuft. Aufgrund der Anlasstemperatur beim Vorvergüten war die Nitriertemperatur nach oben auf 520 °C begrenzt, weshalb eine Erhöhung zur Beschleunigung der Nitrierung nicht in Frage kam. Eine Variation der Temperatur wurde deshalb nur bei niedrigeren Nitriertemperaturen durchgeführt. Die

Nitriertemperatur hat nicht nur Einfluss auf die Diffusionsgeschwindigkeit, sondern auch auf die Eigenspannungsbildung in der Diffusionsschicht [Spi98]. Dieser Einfluss wird in Abschnitt 5.3.3 *Beeinflussung der Eigenspannungen beim Nitrieren* diskutiert.

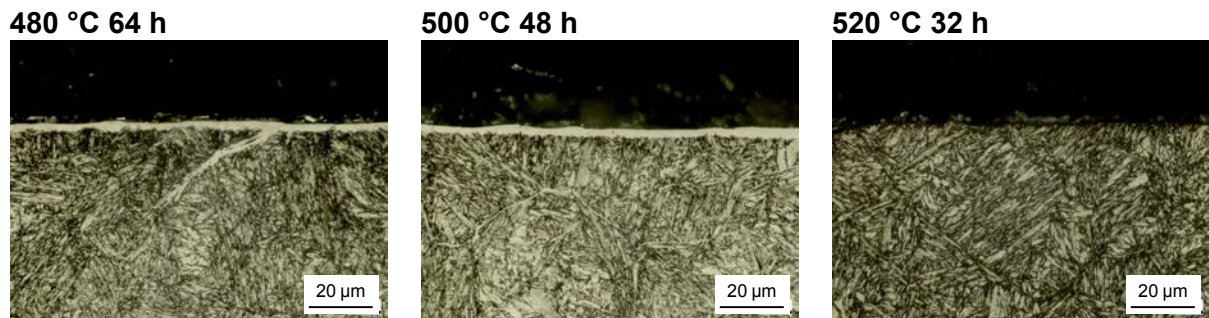


Abbildung 53: Metallografische Schliffbilder der Randschichten beim Plasmanitrieren mit unterschiedlicher Nitriertemperatur

Das Stickstoffangebot wurde beim Plasmanitrieren bei unterschiedlichen Temperaturen niedrig gewählt, um dünne Verbindungsschichten zu erzeugen (Abbildung 53 und Tabelle 22), da bei den anschließenden Eigenspannungsuntersuchungen ausschließlich die Ausscheidungsschicht untersucht wurde und diese eine maximale Festigkeit aufweisen sollte. Bei 520 °C entstand bei dem gewählten Verhältnis von  $N_2:H_2=1:5$  sogar gar keine Verbindungsschicht.

T [°C]	t [h]	$N_2:H_2$	CLT [µm]	$\sigma_{CLT}$ [µm]	NHD [mm]
480	64	1:5	2,1	0,2	0,28
500	48	1:5	2,3	0,4	0,29
520	32	1:5	0	0	0,26

Tabelle 22: Nitrierhärte- und Verbindungsschichtdicken beim Plasmanitrieren mit unterschiedlicher Nitriertemperatur

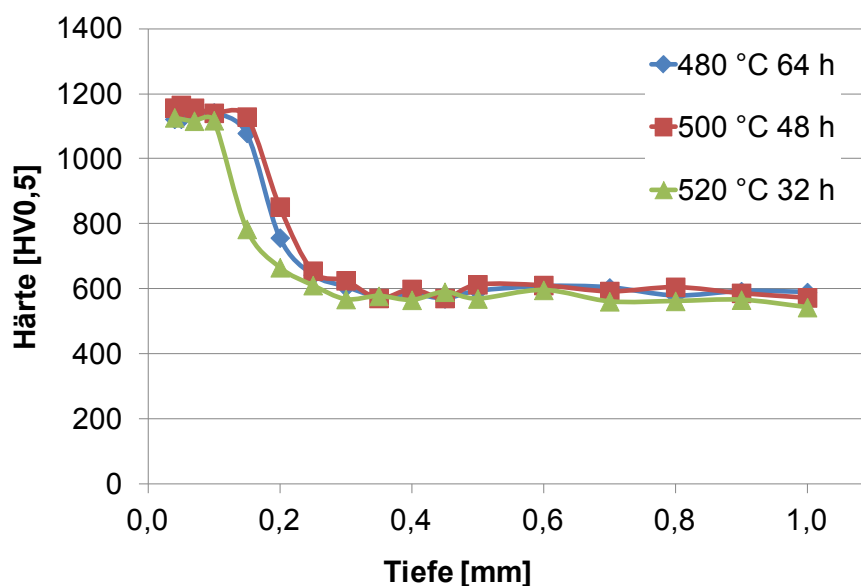


Abbildung 54: Härteverläufe beim Plasmanitrieren bei unterschiedlichen Temperaturen

Abbildung 54 zeigt die Härteverläufe nach den Nitrierbehandlungen mit unterschiedlicher Temperatur. Die Einstellung vergleichbarer Härteprofile für die Eigenspannungsuntersuchungen ist durch die Anpassung der Nitrierdauer für die niedrigeren Temperaturen gelungen. Der Härteabfall beim Profil der Behandlung bei 520 °C liegt in einer geringeren Tiefe als bei den anderen beiden Behandlungen, die Randhärte ist jedoch vergleichbar.

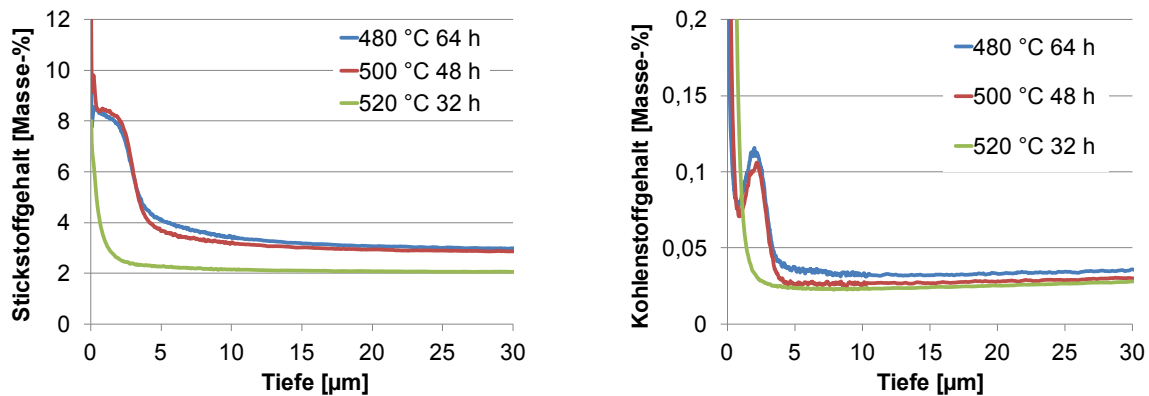


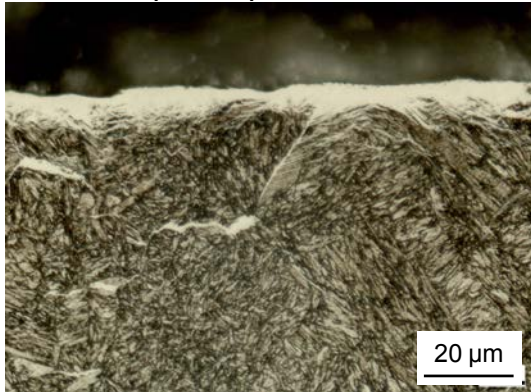
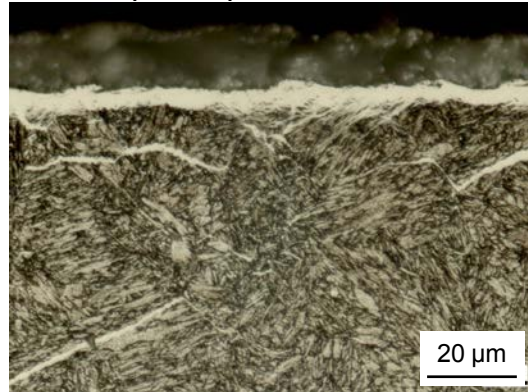
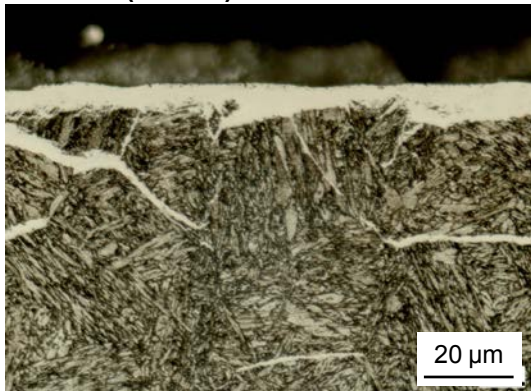
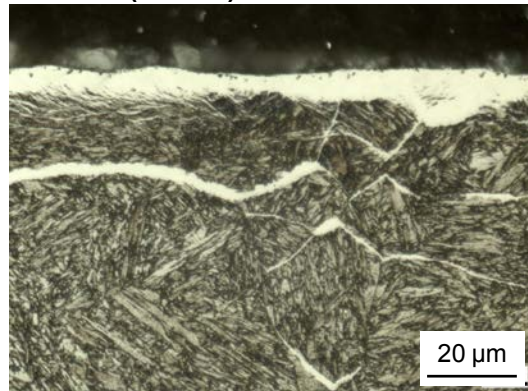
Abbildung 55: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten beim Plasmanitrieren mit unterschiedlicher Temperatur

Die Tiefenverläufe für die Elemente Stickstoff und Kohlenstoff sind in *Abbildung 55* dargestellt. Die Stickstoffverläufe der bei 480 °C und 500 °C nitrierten Proben verlaufen im Bereich der Verbindungsschicht ähnlich. In den ersten 0,5-1 µm liegt der Stickstoffgehalt bei 9-10 Masse-%. Der Kohlenstoffgehalt hat in diesem Bereich ein Minimum von ca. 0,08 Masse-%. Diese Werte entsprechen etwa den bisher beim Plasmanitrieren gefundenen Konzentrationen. An den stickstoffreichen Teil schließt sich ein plateauähnlicher Bereich bei etwa 8 Masse-% Stickstoff an. Anhand der Konzentrationen der Nitridbildner konnte unter der Annahme, dass diese vollständig abgebunden wurden, abgeschätzt werden, dass im Bereich der Verbindungsschicht noch etwa 6,5 Masse-% Stickstoff für die Bildung von Eisennitriden zur Verfügung stehen. Dieser Wert liegt im Bereich des  $\epsilon$ -Nitrids. Da jedoch keine gleichmäßige Verteilung des Stickstoffs in der Verbindungsschicht vorliegt, besteht die Verbindungsschicht wahrscheinlich aus  $\gamma'$ - und  $\epsilon$ -Nitrid. Der Kohlenstoffgehalt erreicht zum Ende des Plateaus ein Maximum bei ca. 0,11 Masse-%. Bei der bei 520 °C nitrierten Probe wurde keine geschlossene Verbindungsschicht gebildet, daher liegt der Stickstoffgehalt unterhalb der Grenze zum  $\gamma'$ -Nitrid (*Abbildung 55*). Der Stickstoffgehalt der reinen Ausscheidungsschicht ist mit etwa 2 Masse-% etwas geringer als der der Diffusionsschichten mit darüber liegender Verbindungsschicht (ca. 3 Masse-%). Das liegt daran, dass die Diffusionsschicht nicht mit Stickstoff abgesättigt ist. Die Kohlenstoffkonzentration ist in der reinen Ausscheidungsschicht gering.

#### 5.2.3.4. Plasmanitrocarburieren

Die Zugabe eines Kohlenstoffspenders beim Nitrocarburieren soll zur schnelleren Bildung einer Verbindungsschicht aus  $\epsilon$ -Carbonitriden führen. Üblicherweise wird das Nitrocarburieren bei 550-590 °C durchgeführt, da die Temperatur jedoch durch die Anlasstemperatur der Werkzeuge auf 520 °C begrenzt war, wurde der  $\text{CH}_4$ -Anteil bei dieser Temperatur variiert. Zum Vergleich wurde außerdem eine Behandlung bei 550 °C durchgeführt.



**0,5 % CH<sub>4</sub> (520 °C)****1 % CH<sub>4</sub> (520 °C)****2 % CH<sub>4</sub> (520 °C)****1 % CH<sub>4</sub> (550 °C)**

**Abbildung 56: Metallografische Schliffbilder der Randschichten beim Plasmanitrocarburieren**

Abbildung 56 zeigt die Verbindungsschichten nach dem Plasmanitrocarburieren bei 520 °C und 550 °C. Die Verbindungsschichten haben alle eine vergleichbare Dicke (*Tabelle 23*). Im untersuchten Bereich hat der CH<sub>4</sub>-Anteil kaum Einfluss auf die Verbindungsschichtdicke.

Auf den Härteverlauf hat der CH<sub>4</sub>-Anteil im variierten Bereich ebenfalls keinen Einfluss (vgl. *Abbildung 57*). Selbst der relativ hohe CH<sub>4</sub>-Gehalt von 2 % führt nicht zu einer Verringerung der Verbindungsschichtdicke durch Bildung von Zementit, wie es in vorangegangenen Forschungsvorhaben und beim Gasnitrocarburieren der Fall war [Gue97]. Bei der höheren Temperatur wurde erwartungsgemäß eine größere Nitrierhärtetiefe erzielt (vgl. *Tabelle 23*), da die Diffusion durch eine höhere Temperatur beschleunigt wird. Durch die Bildung von größeren Nitridausscheidungen ist die Randhärte nach dem Nitrocarburieren bei 550 °C geringer als nach den Behandlungen bei 520 °C. Auf die Kernhärte wirkt sich die höhere Temperatur (in Kombination mit der Behandlungsdauer) nicht negativ aus.

T [°C]	t [h]	N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub> [%]	CLT [μm]	σ <sub>CLT</sub> [μm]	NHD [mm]
520	32	6:1	0,5	6,3	1,7	0,31
520	32	6:1	1	5,0	1,3	0,31
520	32	6:1	2	6,3	2,3	0,30
550	32	6:1	1	6,9	2,2	0,38

**Tabelle 23: Nitrierhärtetiefen und Verbindungsschichtdicken beim Plasmanitrocarburieren mit unterschiedlichen CH<sub>4</sub>-Gehalten**

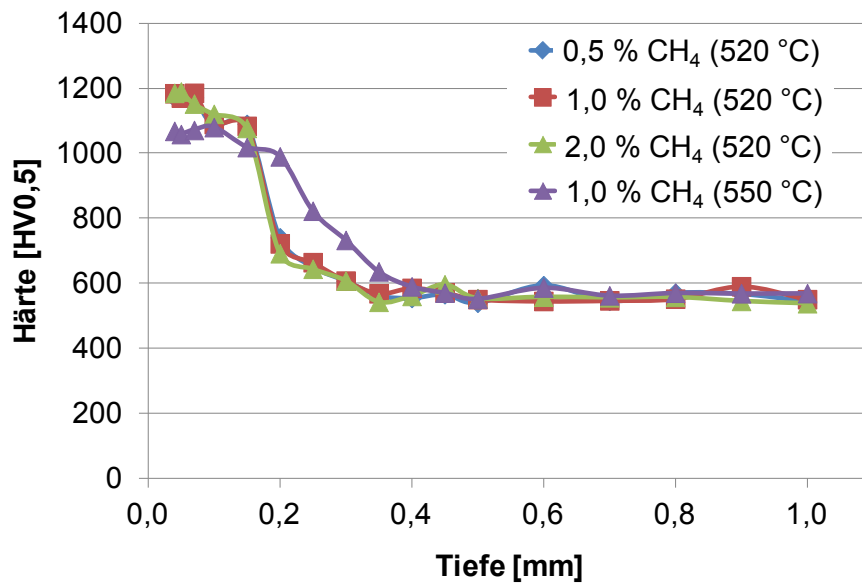


Abbildung 57: Härteverläufe beim Plasmanitrocarburieren

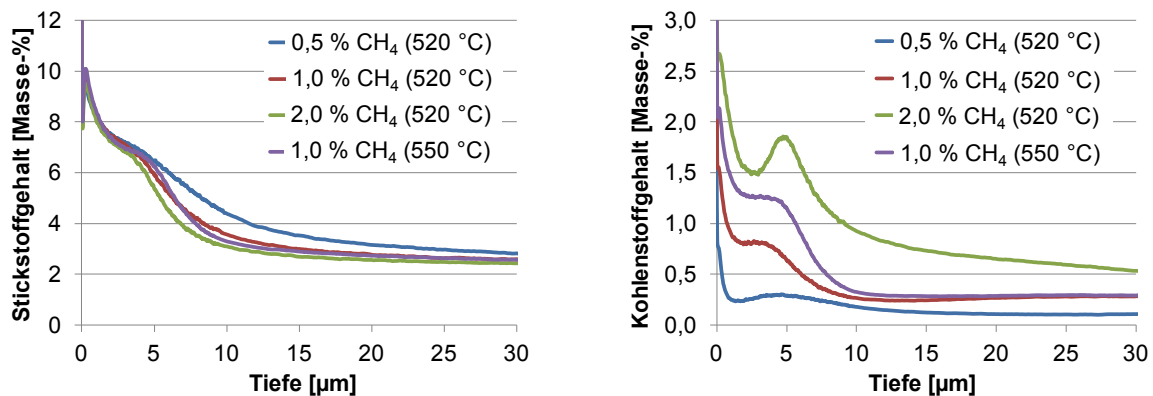


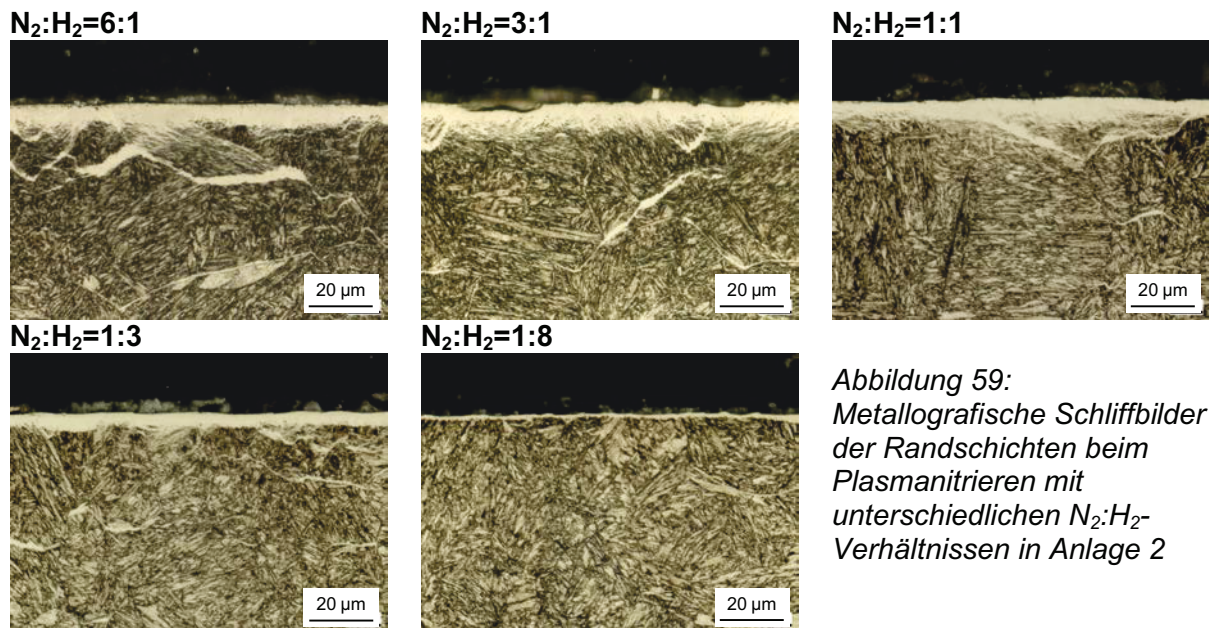
Abbildung 58: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Randschichten beim Plasmanitrocarburieren

Die Höhe des  $\text{CH}_4$ -Anteils hat zwar keinen Einfluss auf die Dicke der Verbindungsschicht, auf ihre Zusammensetzung aber sehr wohl (vgl. *Abbildung 58*). Während der Stickstoffgehalt im Bereich der Verbindungsschicht bei allen Versuchen relativ gleich verläuft und ähnliche Werte wie beim reinen Plasmanitrieren erreicht (vgl. *Abbildung 49*), nimmt der Kohlenstoffgehalt mit zunehmendem  $\text{CH}_4$ -Anteil zu. Auch die Erhöhung der Behandlungstemperatur bewirkt einen höheren Kohlenstoffgehalt in der Verbindungsschicht. Bei der höchsten  $\text{CH}_4$ -Zugabe liegt der Kohlenstoffgehalt im Randbereich der Verbindungsschicht bei etwa 2,7 Masse-% und in dem Bereich des Stickstoffplateaus bei 1,5-1,8 Masse-%.

#### 5.2.3.5. Einfluss der Nitrieranlage

Zur Überprüfung der Übertragbarkeit der Ergebnisse auf andere Plasmanitrieranlagen, wurden die Versuche mit unterschiedlichem Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnis in der Anlage eines zweiten Herstellers wiederholt, um so einen eventuellen Einfluss der Nitrieranlage zu untersuchen. *Abbildung 59* zeigt die Verbindungsschichten nach dem Plasmanitrieren in der zweiten Anlage. Die mittleren Verbindungsschichtdicken sind in *Tabelle 24*

zusammengestellt. Wie bereits in 5.2.3.1 *Einfluss des Verhältnis  $N_2:H_2$*  erwähnt, unterliegt die Dicke der Verbindungsschicht einer Grundgefüge bedingten Streuung.



Für den Vergleich der Plasmanitrieranlagen sind in *Abbildung 60* daher die Mittelwerte der Verbindungsschichtdicke zusammen mit den jeweils gemessenen Minimal- und Maximalwerten aufgetragen. Die Kurven der verschiedenen Anlagen sind fast deckungsgleich bis auf die Variante mit dem niedrigen Stickstoffgehalt. Hier ist im Gegensatz zu der Behandlung in Anlage 1 in der Anlage 2 eine dünne Verbindungsschicht entstanden (vgl. *Abbildung 59*). Die Streuung innerhalb einer Variante wird mit zunehmendem Wasserstoffanteil kleiner. Der Trend der roten Kurve (Anlage 2) deutet darauf hin, dass bei Wasserstoffgehalten von mehr als 90 % auch hier eine verbindungsschichtfreie Nitrierung zu erwarten ist. Diese Verschiebung kann auf die unterschiedlichen Messbereiche der Massendurchflussregler der beiden Anlagen zurückgeführt werden. Die Massendurchflussregler in der Anlage 2 waren bei dieser Behandlung im Grenzbereich, deshalb wurde das Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnis von 1:8 vermutlich nicht ganz erreicht. Laut Chargenprotokoll waren die Istwerte der Durchflüsse wie eingestellt, der Fehler der Massendurchflussregler ist im Grenzbereich jedoch relativ hoch.

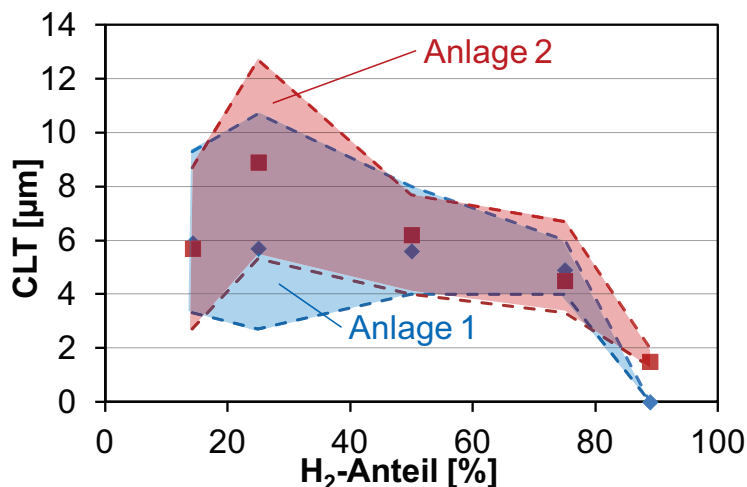


Abbildung 60: Verbindungsschichtdicke nach dem Plasmanitrieren des Werkstoffs X38CrMoV5-3 bei unterschiedlichen Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnissen

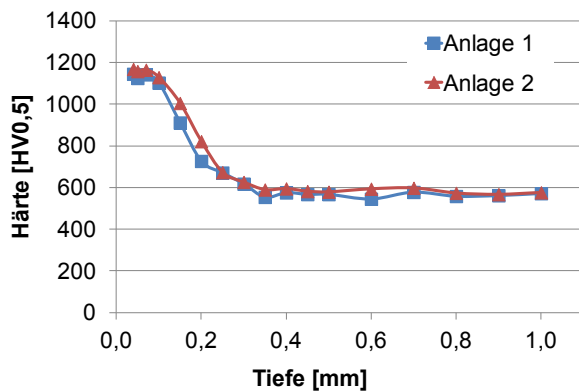
$N_2:H_2$	$CLT_{\text{Anlage 2}}$ [μm]	$\sigma_{CLT2}$ [μm]	$NHD_{\text{Anlage 2}}$ [mm]	$NHD_{\text{Anlage 1}}$ [mm]
6:1	5,7	2,2	0,30	0,29
3:1	8,9	2,4	0,31	0,28
1:1	6,2	1,5	0,32	0,29
1:3	4,5	0,9	0,31	0,28
1:8	1,5	0,3	0,23	0,18

*Tabelle 24: Nitrierhärte­tie­fen und Ver­bin­dungs­schicht­dicken beim Plasmanitrieren des Werk­stoffs X38CrMoV5-3 in un­ter­schied­li­chen Plasmanitrieran­la­gen*

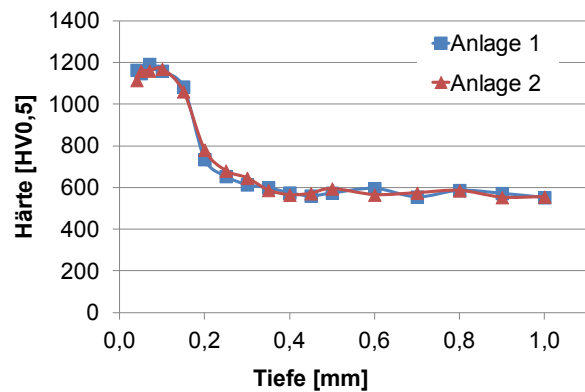
Die für den Werkstoff X38CrMoV5-3 ermittelten Nitrierhärte­tie­fen nach dem Plasmanitrieren mit un­ter­schied­li­chen Stickstoff-Wasserstoff-Ver­hält­nis­sen in den bei­den Plasmanitrieran­la­gen zeigt *Tabelle 24*. Als Grenz­härte wurde für diesen Ver­gleich ein ein­heit­li­cher Wert von 630 HV0,5 fest­ge­legt, um Ein­flüsse durch Schwan­kun­gen in der Kern- bzw. Grenz­härte zu ver­mei­den. Wie bereits in 5.2.3.1 *Einfluss des Ver­hältnis  $N_2:H_2$*  zu sehen war, föhren die Ver­suche in einer An­lage auf­grund der gleichen Be­hand­lungs­temperatur und -dauer je­weils zu sehr ähn­li­chen Nitrierhärte­tie­fen. Im Ver­gleich der beiden Plasmaan­la­gen kann fest­ge­stellt wer­den, dass die Nitrierhärte­tie­fen bei gleicher Be­hand­lung eben­falls ver­gleich­bar sind. Eine Aus­nahme bildet die bereits dis­ku­tierte ver­bin­dungs­schicht­freie Be­hand­lung, die in der An­lage 2 zur Bil­dung einer dünnen Ver­bin­dungs­schicht föhrte (*Tabelle 24*). Die leich­ten Ab­wei­chungen in den Nitrierhärte­tie­fen resul­tieren aus den Schwan­kun­gen im Härte­profil, da nur ein Ver­lauf pro Va­riante ge­mes­sen wurde. Die Härte­ver­läufe nach den Be­hand­lungen des X38CrMoV5-3 mit den un­ter­schied­li­chen Stickstoff-Wasserstoff-Ver­hält­nis­sen in *Abbildung 63* zeigen, dass bei einer Ab­wei­chung von bis zu 0,03 mm in der NHD iden­tische Härte­er­geb­nisse in den beiden An­la­gen erzielt wurden (*Abbildung 61*). Die Härte­profile sind für iden­tische Be­hand­lungen – mit Aus­nahme der Va­riante  $N_2:H_2=1:8$  - na­hezu deckungs­gleich. Es kann also zu­sam­men­fas­send fest­ge­halten wer­den, dass das Plasmanitrieren mit gleichen Pa­ra­metern in un­ter­schied­li­chen An­la­gen zu ver­gleich­ba­ren Härte­profilen und Ver­bin­dungs­schichten föhrt.



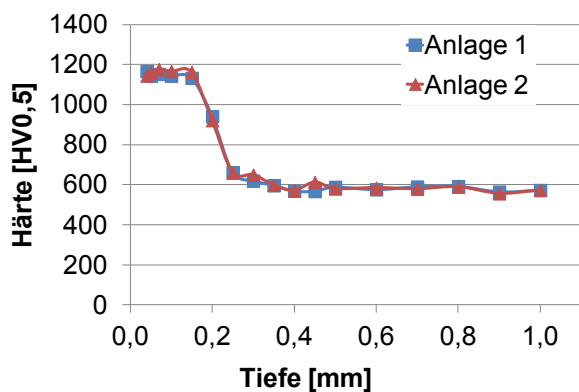
$N_2:H_2=6:1$



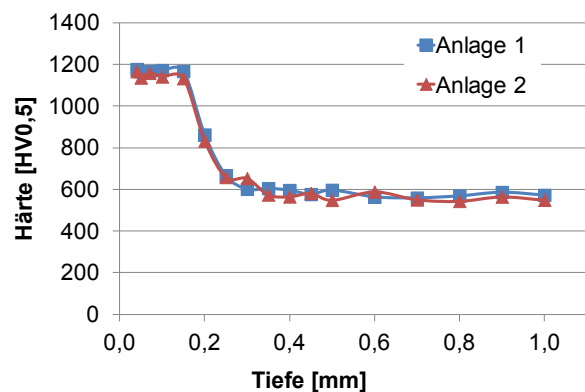
$N_2:H_2=3:1$



$N_2:H_2=1:1$



$N_2:H_2=1:3$



$N_2:H_2=1:8$

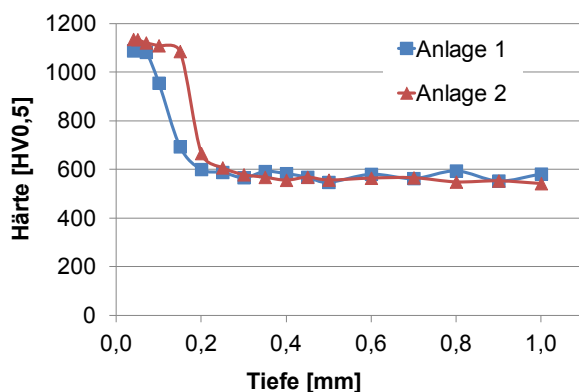


Abbildung 61: Härteprofile nach dem Plasmanitrieren des Werkstoffs X38CrMoV5-3 mit unterschiedlichen Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnissen

#### 5.2.4. Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter (ASPN)

Das Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter wurde in Anlage 2 durchgeführt; als Vergleichsbehandlung wird daher die Behandlung mit einem Stickstoff-Wasserstoff-Verhältnis von  $N_2:H_2=3:1$  in dieser Anlage herangezogen. *Abbildung 62* zeigt die Randschichten nach dem Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter mit und ohne Aktivierung der Probe durch eine zusätzliche Bias-Spannung. Die gemessenen Verbindungsschichten sind in *Tabelle 25* dargestellt. Die Verbindungsschichten weisen eine ähnliche Dicke auf wie nach dem konventionellen Plasmanitrieren (vgl. *Abbildung 59*).

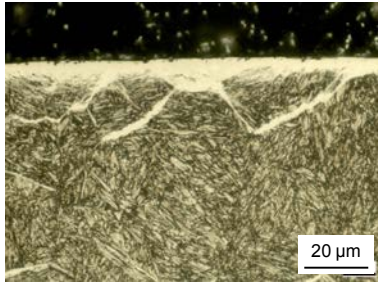
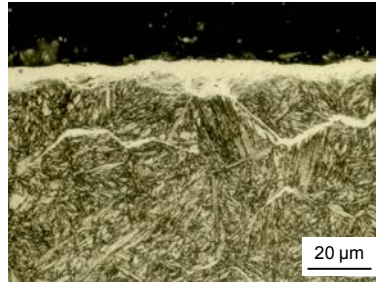
**ASPN****ASPN + Bias**

Abbildung 62:  
Metallografische  
Schliffbilder der  
Randschichten beim  
Plasmanitrieren mit dem  
aktiven Gitter

Verfahren	CLT [µm]	$\sigma_{CLT}$ [µm]	NHD [mm]
ASPN	6,4	1,7	0,29
ASPN + Bias	5,7	2,2	0,28

Tabelle 25: Nitrierhärte-  
tiefen und  
Verbindungsschicht-  
dicken nach dem  
Plasmanitrieren mit den  
unterschiedlichen  
Verfahrensvarianten

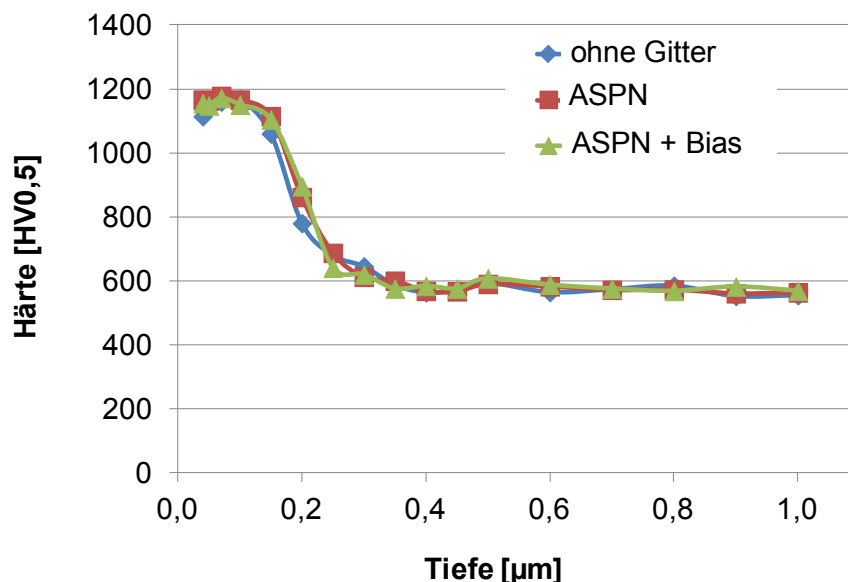


Abbildung 63: Härteverläufe nach dem Plasmanitrieren mit den unterschiedlichen  
Verfahrensvarianten

Abbildung 63 zeigt die Härteverläufe nach dem konventionellen Plasmanitrieren und dem Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter mit und ohne zusätzliche Aktivierung der Probe durch eine Bias-Spannung. Die drei Verläufe sind nahezu identisch. Die ermittelten Nitrierhärte-tiefen (vgl. Tabelle 25) unterscheiden sich unwesentlich. Die Behandlung mit dem aktiven Gitter liefert also vergleichbare Härteergebnisse wie das Plasmanitrieren.

Neben normalen Scheibenproben wurden beim Plasmanitrieren mit dem aktiven Gitter spezielle Proben mit Bohrungen untersucht, da das ASPN-Verfahren u. a. entwickelt wurde, um enge Spalten an bzw. zwischen Bauteilen besser im Plasma zu nitrieren.

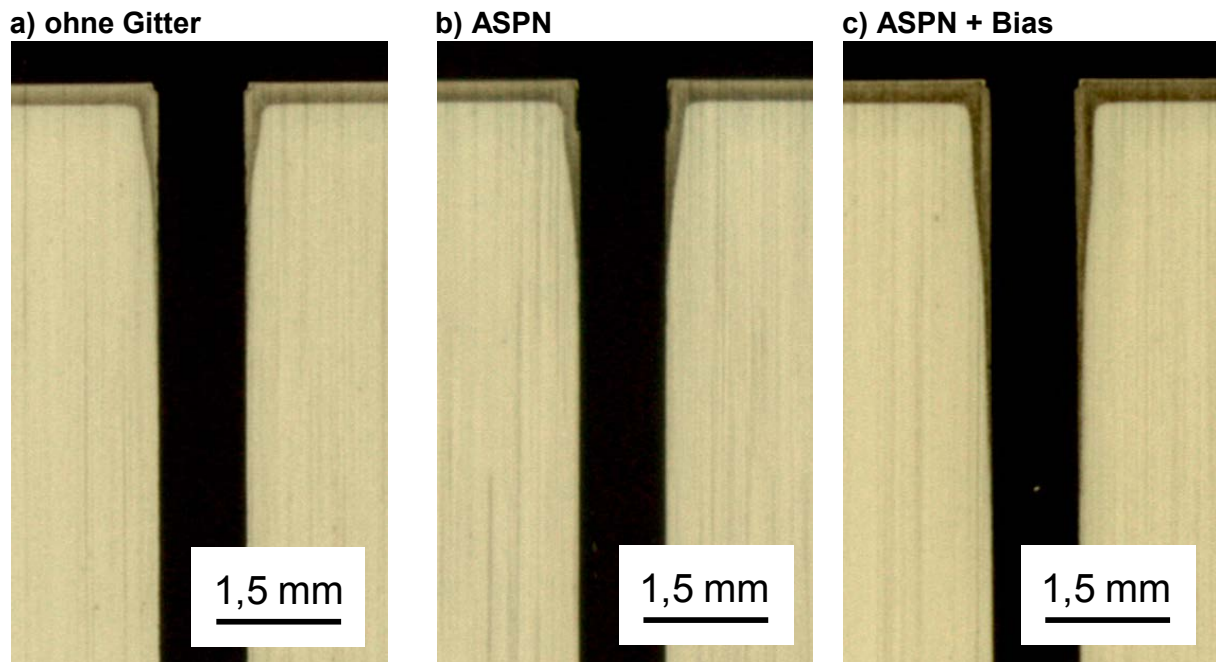


Abbildung 64: Metallografischer Querschliff einer Bohrung ( $\varnothing$  1 mm) nach dem Plasmanitrieren a) ohne aktives Gitter, b) ASPN und c) ASPN mit Bias

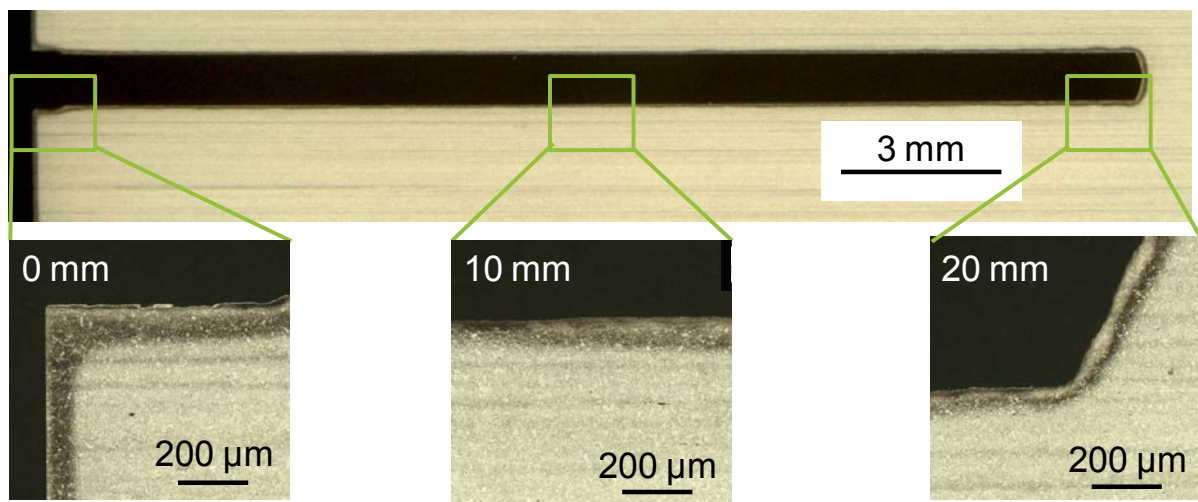


Abbildung 65: Metallografischer Querschliff einer Bohrung ( $\varnothing$  1 mm) nach dem Gasnitrieren

Abbildung 64 zeigt die Querschliffe einer Bohrung mit einem Durchmesser von 1 mm und einer Tiefe von 20 mm nach dem Nitrieren im Gas und im Plasma. Die dunkel angeätzte Nitrierschicht ist nach dem herkömmlichen Plasmanitrieren nur im oberen Bereich der Bohrung zu erkennen. Unter den gewählten typischen Bedingungen war eine vollständige Nitrierung der Bohrung nicht möglich. Ein besseres Eindringen des Glimmsaumes in die Bohrung könnte durch eine Erhöhung des Prozessdruckes erzielt werden, da der Kathodenfall umgekehrt proportional zum Prozessdruck ist [Wil82]. Nach der ASPN-Behandlung reicht der nitrierte Bereich etwas weiter in die Bohrung hinein als nach dem herkömmlichen Plasmanitrieren (vgl. *Abbildung 64a*) und *Abbildung 64b*). Die Untersuchungen bestätigen also, dass das ASPN-Verfahren zu einer besseren Nitrierung von Bohrungen führt als das herkömmliche Plasmanitrieren. Durch Abschattungseffekte, von denen u. a. in [Aha07] berichtet wird, gelangen die aktiven Teilchen jedoch nicht bis auf den Grund der Bohrung. Durch eine zusätzlich an der Probe angelegte Bias-Spannung sollen die aktiven Teilchen vom Gitter zur Probe gelenkt werden. Tatsächlich zeigte die mit aktivem



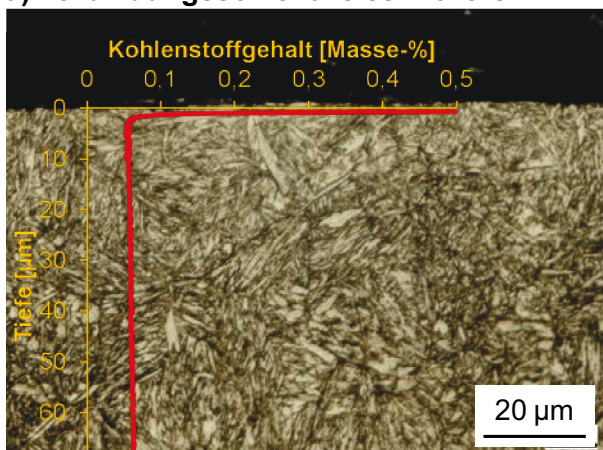


### 5.2.5. Mehrstufennitrieren

Abbildung 68 zeigt die Schliffbilder und die zugehörigen Kohlenstoffverläufe zu zwei Behandlungen mit unterschiedlichem Stickstoffangebot. Bei der entkohlenden Behandlung mit geringem Stickstoffangebot (Abbildung 68a)) ist keine Verbindungsschicht entstanden und auch die Zementitausscheidungen an den Korngrenzen sind nicht zu beobachten. Bei der Behandlung mit hohem Stickstoffangebot (Abbildung 68b)) ist im Bereich der Verbindungsschicht ein starker Gradient im Kohlenstoffgehalt entstanden. An einen sehr hohen Kohlenstoffgehalt in Oberflächennähe schließt sich ein Minimum von 0,1 Masse-% Kohlenstoff an. Dann nimmt der Kohlenstoffgehalt kontinuierlich zu, bis am Übergang zwischen Verbindungs- und Ausscheidungsschicht ein Maximum zwischen 0,3 und 0,4 Masse-% Kohlenstoff erreicht wird. Anschließend fällt der Kohlenstoffgehalt langsam wieder ab. Obwohl der Kohlenstoffgehalt unterhalb der Verbindungsschicht ebenfalls unter dem Grundkohlenstoffgehalt des Werkstoffs (0,37 Masse-%) liegt, sind deutlich die Zementitausscheidungen an den Korngrenzen parallel zur Oberfläche zu erkennen.

Um einen entkohlten Randbereich mit Verbindungsschicht zu erzeugen und dabei die Bildung von Korngrenzenzementit zu verringern, bietet sich eine zweistufige Behandlung an, in der zunächst bei niedriger Nitrierkennzahl der Randbereich abgekühlt wird, um anschließend in einem zweiten Schritt eine Verbindungsschicht aufzubringen.

a) verbindungsschichtfreies Nitrieren



b) Nitrieren mit Verbindungsschicht

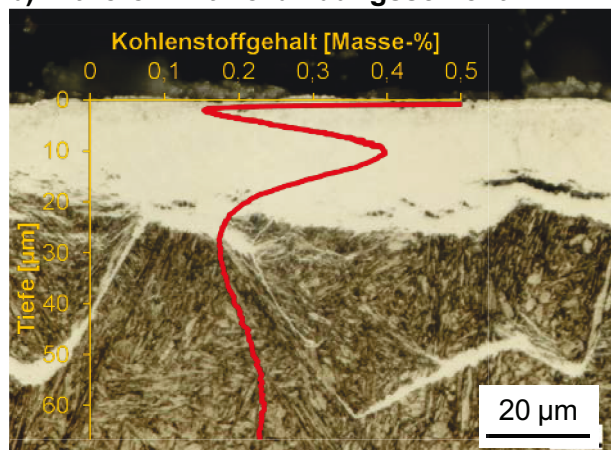


Abbildung 68: Schliff mit Kohlenstoffprofil nach Behandlungen mit unterschiedlichem Stickstoffangebot

In Abbildung 69 sind die Kohlenstoffverläufe der gerade diskutierten Behandlungen, der Kombination aus diesen und eine einstufige Prozessführung gegenüber gestellt. Bei einer langen Behandlung mit niedriger Nitrierkennzahl nimmt die Randschicht weniger Stickstoff auf und wird stark entkohlt. Bei einer kurzen Behandlung mit hoher Nitrierkennzahl ist die Entkohlung des Randbereichs weniger stark. Bei der kombinierten Behandlung bildet sich ein Kohlenstoffprofil aus, das zwischen den beiden einzelnen Behandlungen liegt. Zum Vergleich ist eine einstufige Behandlung mit hoher Nitrierkennzahl aufgetragen, die zu einem deutlich höheren Kohlenstoffmaximum führt.

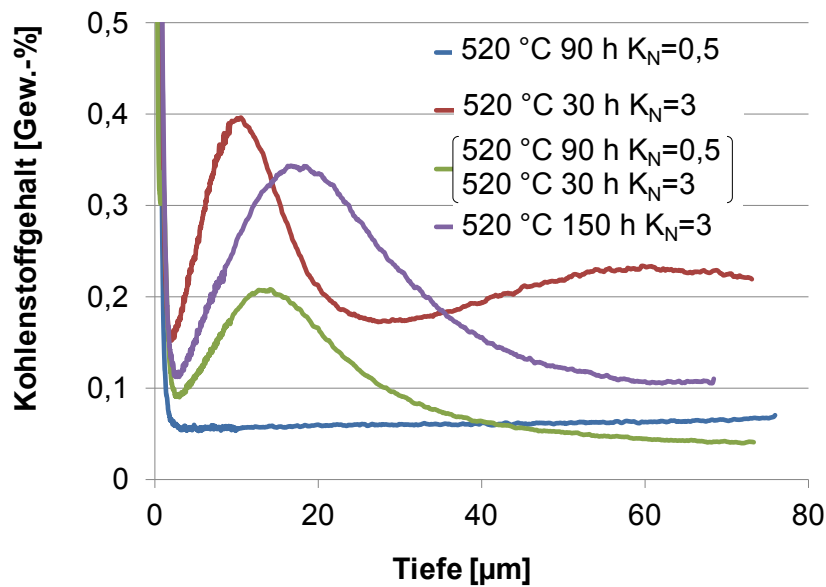
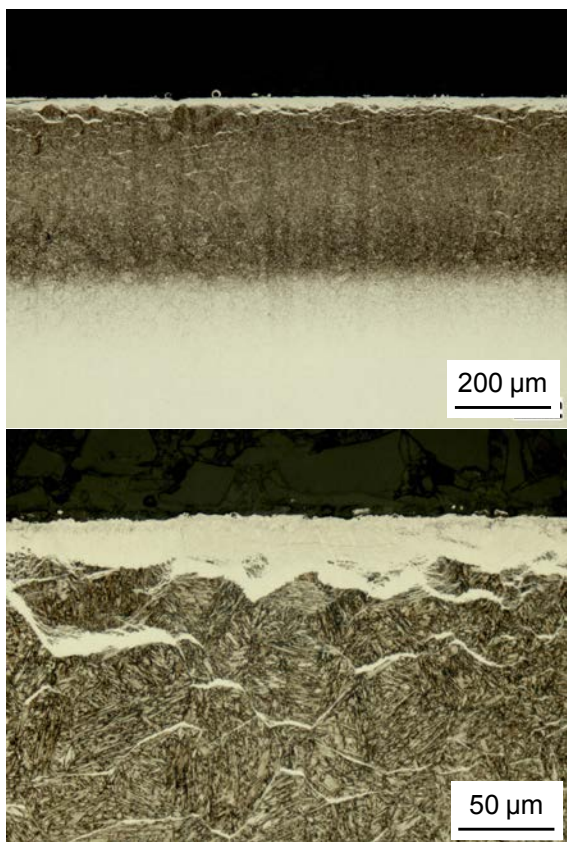


Abbildung 69: Kohlenstoffverläufe nach ein- und zweistufigem Nitrieren sowie nach den einzelnen Stufen

**a) Einstufige Behandlung**  
520 °C 150 h  $K_N=3$



**b) Zweistufige Behandlung**  
520 °C 90 h  $K_N=0,5$   
520 °C 30 h  $K_N=3$

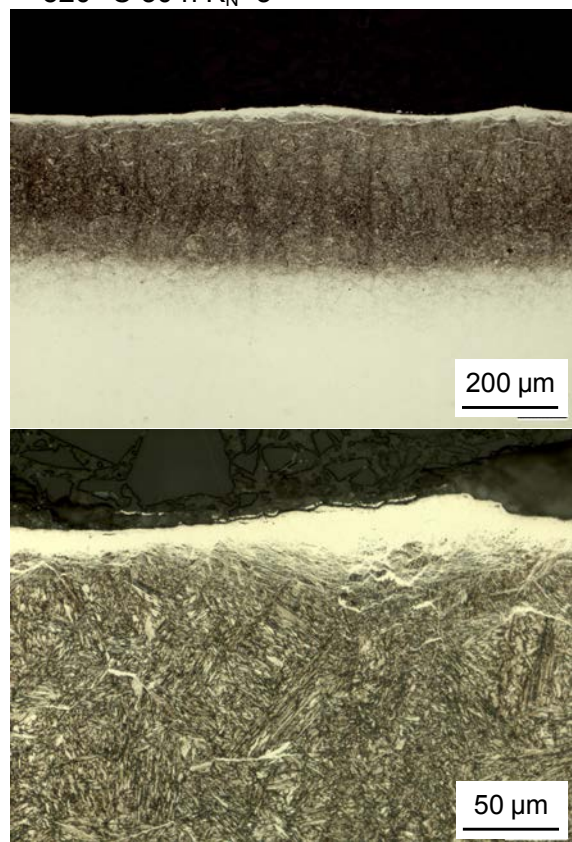


Abbildung 70: Metallografische Querschliffe der Randschichten nach a) ein- und b) zweistufigem Nitrieren

Bezüglich der Korngrenzzenementitausscheidungen ist auf den Schliffbildern in *Abbildung 70* zu beobachten, dass bei der zweistufigen Behandlung weniger Ausscheidungen unter der

Verbindungsschicht auftreten. Die geringere Nitrierhärte (NHD=0,33 mm) der zweistufigen Variante kann nicht allein durch die längere Behandlungsdauer der einstufigen Variante (NHD=0,60 mm) erklärt werden. Hier macht sich auch die langsamere Nitrierung durch die niedrige Nitrierkennzahl in der ersten Stufe bemerkbar. Die Verbindungsschicht ist mit 10,6 µm bei dem zweistufigen Prozess nur halb so dick wie bei dem einstufigen (CLT=21,2 µm).

### 5.2.6. Kombinationsbehandlungen

Da die einzelnen Behandlungsmethoden verfahrensspezifische Grenzen haben, liegt es nahe, die Verfahren Gas- und Plasmanitrieren zu kombinieren, um deren Potential optimal auszuschöpfen. Ein Beispiel für die Verfahrenskombination ist eine Entpassivierung höher chromhaltiger Stähle im Plasma und ein anschließendes Gasnitrieren zum Erzeugen einer dicken Verbindungsschicht.

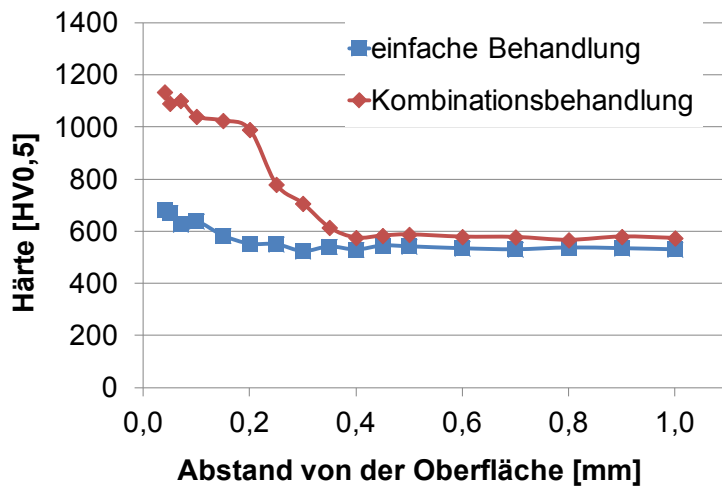
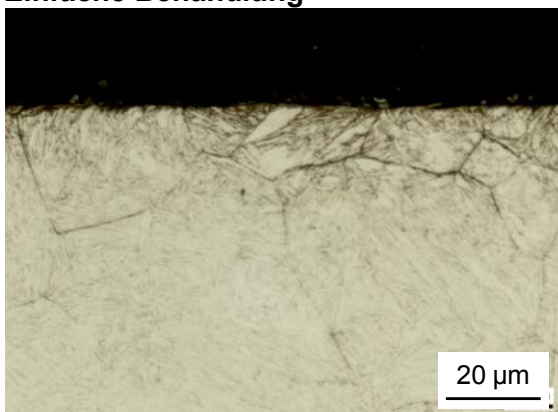


Abbildung 71: Härteverläufe nach dem Gasnitrieren und einer Kombinationsbehandlung aus Plasma- und Gasnitrieren

Einfache Behandlung



Kombinationsbehandlung

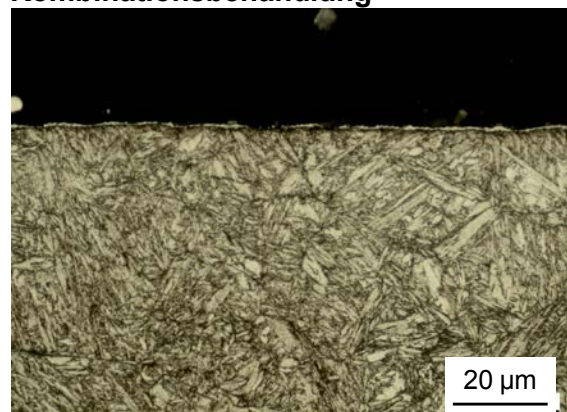


Abbildung 72: Metallografische Querschliffe nach dem Gasnitrieren und einer Kombinationsbehandlung aus Plasma- und Gasnitrieren

Abbildung 71 und Abbildung 72 zeigen die Härteverläufe und die metallografischen Querschliffe der Randschichten nach dem Gasnitrieren einer passivierten Oberfläche des Werkstoffs X38CrMoV5-3 bei 520 °C für 90 Stunden mit  $K_N=0,5$  und nach der gleichen Behandlung mit einem Annitrieren im Plasma (520 °C 1 h  $N_2:H_2=1:8$  inkl.



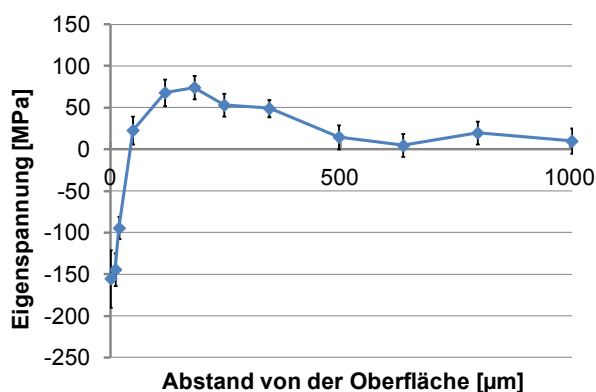
Reinigungssputtern). Während bei der herkömmlichen Nitrierung die Passivierung die Stickstoffaufnahme und damit den Aufbau eines Härteprofils behindert, ist bei der gesputterten Probe die Nitrierung ohne Weiteres möglich. Durch das Annitrieren im Plasma kann also sichergestellt werden, dass die anschließende Nitrierung im Gas gleichmäßig erfolgt. Eine alternative Aktivierung der Oberflächen dieser Werkstoffe kann durch Oxinitrieren erfolgen [Spi97] [Lip10] [Spi12]. Dabei sollte das Oxidationspotential entsprechend geregelt werden, um mögliche Randschicht-Abplatzungen zu vermeiden. Eine Depassivierung durch Oxinitrieren kann unwirksam sein, wenn die Passivierung durch Fertigungs- oder Strahlrückstände verursacht wird.

Weitere Beispiele für eine Kombinationsbehandlung aus Gas- und Plasmanitrieren sind die in Abschnitt 5.2.2 *Niederdruckgasnitrieren* diskutierten Behandlungen, bei denen die Kombination aus einem Annitrieren im Plasma und dem Nitrieren im Gas in ein und derselben Anlage durchgeführt wurde.

### 5.3. Eigenspannungen

#### 5.3.1. Eigenspannung nach der Fertigung

Um den Eigenspannungszustand im Randbereich der Schmiedegesenke einschätzen zu können, wurden an Scheibenproben nach unterschiedlichen Fertigungsschritten Eigenspannungsverläufe in die Tiefe gemessen. An den Proben wurde nach dem Vergüten eine Härte von 51 HRC bzw. 580 HV<sub>0,5</sub> gemessen. Vor dem Vergüten hatte der Werkstoff eine Härte von 207 HV<sub>0,5</sub>. *Abbildung 73* zeigt den Eigenspannungsverlauf einer vergüteten Probe des Stahls X38CrMoV5-3. Nach dem Vergüten liegen an der Oberfläche der Proben Druckeigenspannungen von -150 MPa vor, die innerhalb der nächsten 50 µm in Zugeigenspannungen übergehen. Die Zugeigenspannungen erreichen ihr Maximum von ca. 75 MPa zwischen 100 und 200 µm Tiefe und nehmen dann langsam ab.

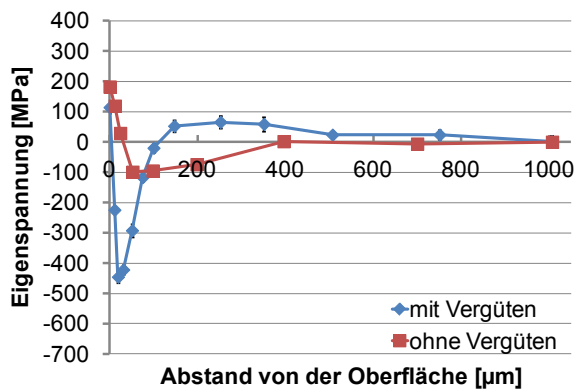


*Abbildung 73: Eigenspannungsverlauf von X38CrMoV5-3 nach dem Vergüten*

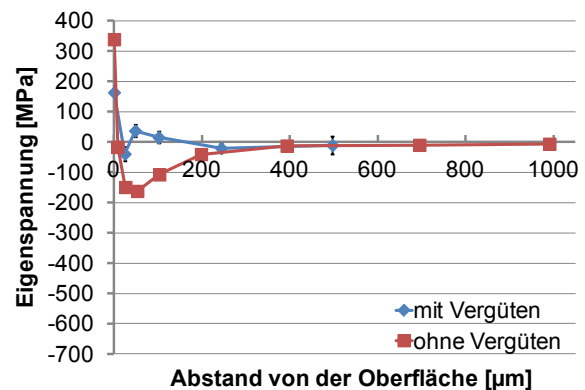
*Abbildung 74* zeigt die Eigenspannungsverläufe der unterschiedlich gefertigten Proben. Nach der Oberflächenendbearbeitung liegen Druck- und Zugeigenspannungen im Randbereich vor, die in eine Tiefe von bis zu einigen hundert µm reichen.



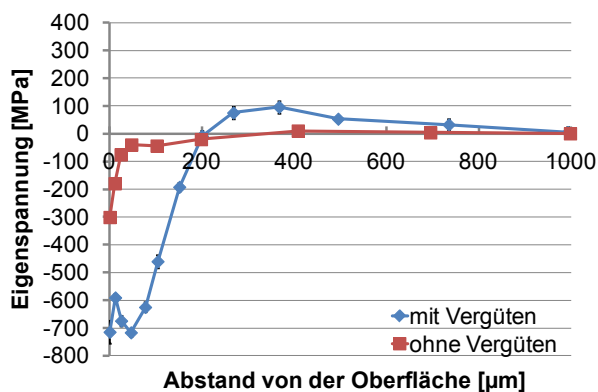
a) gedreht



b) gefräst



c) gedreht und gravurgeschliffen



d) gefräst und gravurgeschliffen

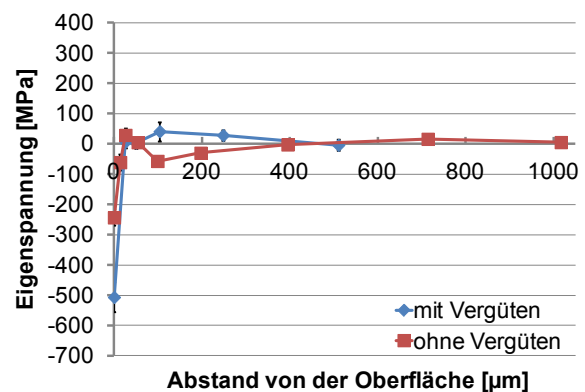


Abbildung 74: Eigenspannungsverlauf nach der Oberflächenfertigung mit und ohne vorherigem Vergüten: a) gedreht, b) gefräst, c) gedreht und gravurgeschliffen, d) gefräst und gravurgeschliffen

### 5.3.2. Eigenspannungen nach dem Nitrieren

An metallografischen Schliffen der untersuchten Proben wurden die in *Tabelle 26* gezeigten Nitrierhärteiefen ermittelt. Die zugehörigen Härteverläufe zeigt die *Abbildung 75*. Die Nitrierhärteiefen schwanken sehr, betrachtet man jedoch die zugehörigen Härteprofile, wird deutlich, dass die Verläufe doch sehr ähnlich sind und die Schwankungen in der Nitrierhärteiefen auf die Messung zurückzuführen sind. Nur die Variante „gefräst“ zeigt einen früheren Härteabfall. Dies ist vermutlich auf eine bei der Fertigung gebildete teilweise Passivierung zurückzuführen. Die Verbindungsschichtdicken liegen im Bereich von ca. 8-10 µm.

Oberfläche	gedreht	gefräst	gedreht + gravurgeschliffen	gefräst + gravurgeschliffen
NHD [mm]	0,20	0,17	0,23	0,19

Tabelle 26: Nitrierhärteiefen nach dem Nitrieren

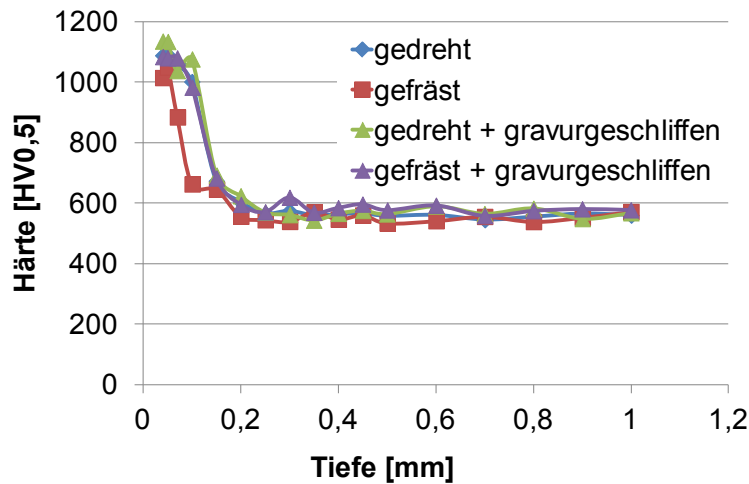
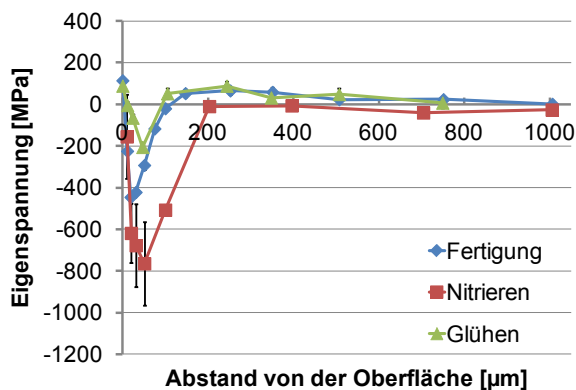


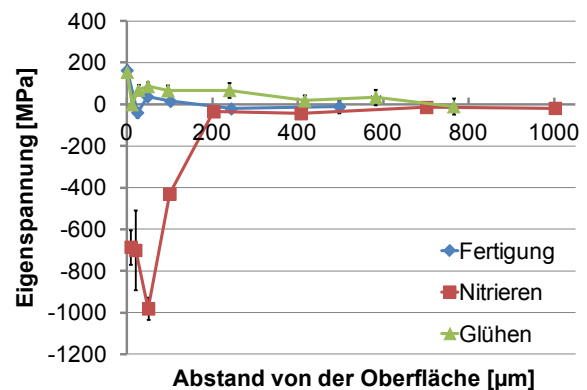
Abbildung 75: Härteverläufe nach dem Nitrieren

Die Eigenspannungsverläufe nach dem Nitrieren bzw. nach dem Glühen zeigt *Abbildung 76*. Die hohen Standardabweichungen der Eigenspannungsmessung an den nitrierten Proben kommen dadurch zustande, dass das Nitrieren zu einer starken Verbreiterung der {211}-Interferenzlinie führt, deren Linienlage in die Eigenspannungsermittlung einfließt. Nach dem Nitrieren liegen bei allen Varianten hohe Druckeigenspannungen im Randbereich vor.

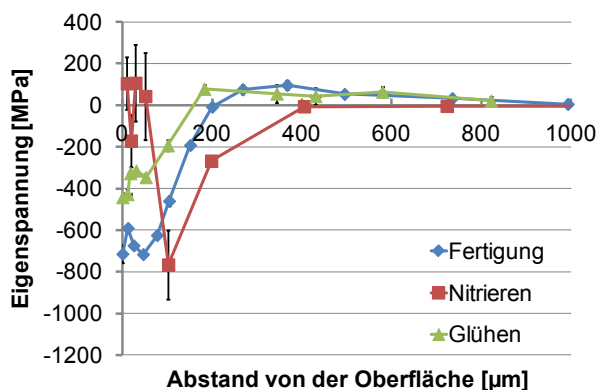
**a) gedreht**



**b) gefräst**



**c) gedreht und gravurgeschliffen**



**d) gefräst und gravurgeschliffen**

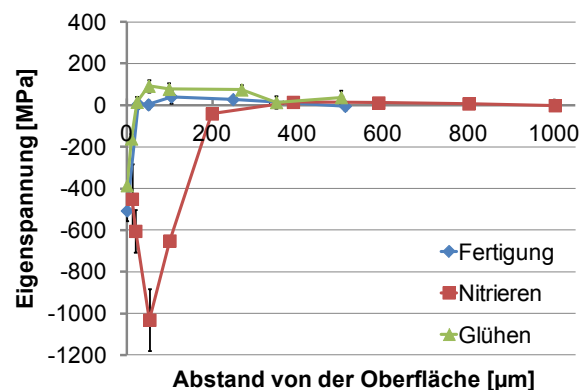
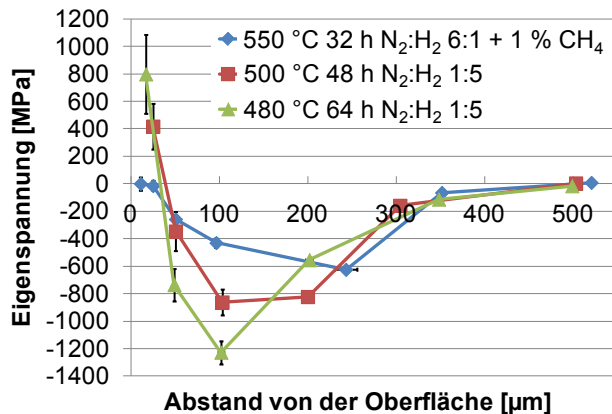


Abbildung 76: Eigenspannungsverlauf nach der Fertigung, dem Nitrieren und der Glühbehandlung: a) gedreht, b) gefräst, c) gedreht und gravurgeschliffen, d) gefräst und gravurgeschliffen

### 5.3.3. Beeinflussung der Eigenspannungen beim Nitrieren

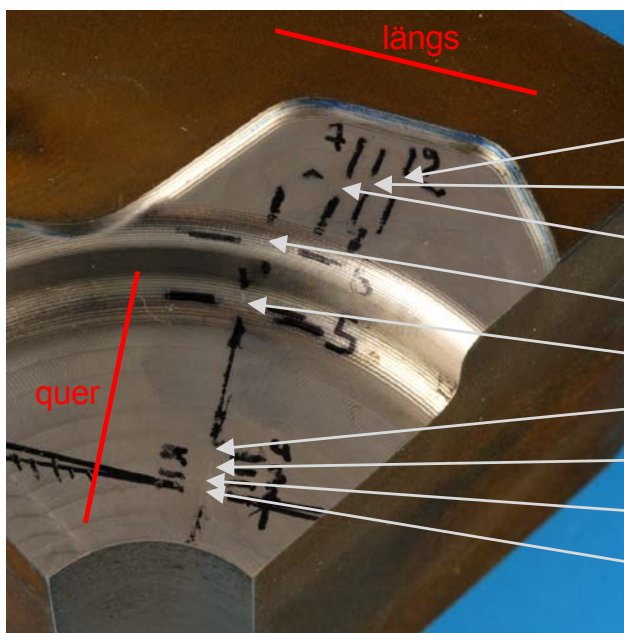
Die Höhe der maximal möglichen Eigenspannungen bei Nitriertemperatur wird durch die Warmfestigkeit begrenzt [Spi98] [Hof96]. Um diesen Einfluss beim untersuchten Werkstoff aufzuzeigen, wurden zusätzlich Eigenspannungsverläufe an bei 480 °C, 500 °C und 550 °C nitrierten und nitrocarburierten Proben gemessen. Die Verläufe sind in *Abbildung 77* dargestellt. Die Höhe der Druckeigenspannungen nimmt mit abnehmender Nitriertemperatur zu.



*Abbildung 77: Eigenspannungsverläufe nach dem Nitrieren bzw. Nitrocarburieren bei unterschiedlichen Temperaturen, Oberflächenzustand geschliffen*

### 5.3.4. Eigenspannungen am Werkzeug

Die fertigungsbedingten Eigenspannungen an den Werkzeugen wurden nur an der Gravuroberfläche gemessen. Am Untergesenk wurde an verschiedenen markanten Stellen gemessen, die genauen Messstellen sind *Abbildung 78* zu entnehmen. Wie erwartet unterscheiden sich die Eigenspannungen im Bereich der Rundungen deutlich von denen auf den Flächen. Im unteren Bereich des Werkzeugprofils gibt es keine auffälligen Unterschiede in den Eigenspannungen auf und zwischen den Fräsriefen. Die Schwankungen im oberen Bereich sind nicht überraschend, da die Oberflächenstruktur bereits auf eine unsymmetrische Bearbeitung hinweist.



längs [MPa]	Stabw. [MPa]	quer [MPa]	Stabw. [MPa]	Halbwertsbreite [°]
-792	48	-884	36	4,27
-460	19	-964	34	4,25
-761	25	-973	54	4,3
-207	41	-26	75	4,06
62	95	-266	88	4,1
-701	19	-815	22	4,21
-738	17	-693	27	4,21
-630	20	-755	21	4,25
-692	12	-615	32	4,23

*Abbildung 78: Eigenspannungen am unnitrierten Untergesenk*

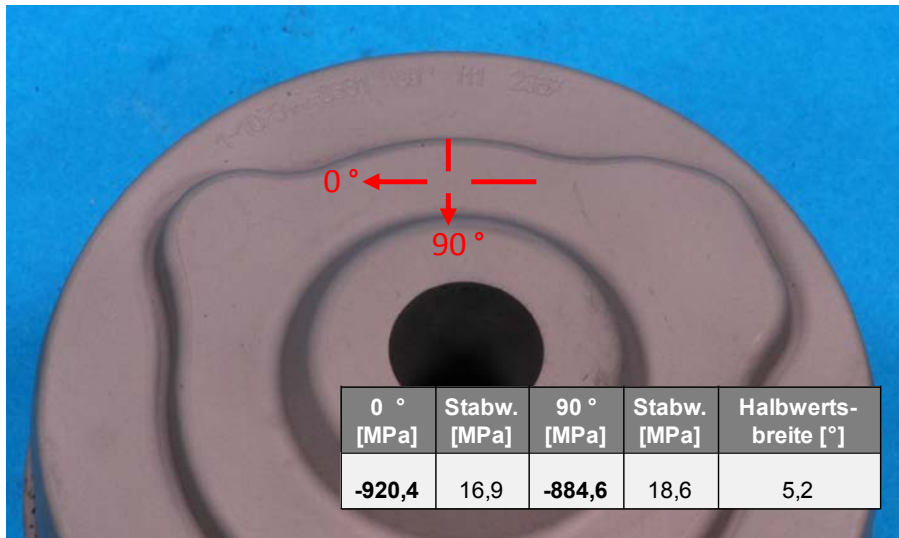


Abbildung 79: Eigenspannungen am unnitrierten Obergesenk

Am Obergesenk wurden nur an einer Stelle die Eigenspannungen gemessen (Abbildung 79). Im Gegensatz zum Untergesenk wurde das Obergesenk nicht hart bearbeitet, daher sollten die Fertigungseigenspannungen geringer sein. Dass ähnlich hohe Eigenspannungen wie beim Untergesenk gemessen wurden, ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, dass die Obergesenke nach dem Vergüten reinigungsgestrahlt wurden.

In welcher Weise sich die Eigenspannungen auf die Lebensdauer von Werkzeugen in der Warmmassivumformung auswirken, hängt stark von der Art und Höhe der lokalen Belastung am Werkzeug ab.

## 5.4. Standmengenuntersuchungen

### 5.4.1. Dokumentation der Nitrier- und Nitrocarburierbehandlungen

#### 5.4.1.1. Begleitende Scheibenproben

Tabelle 27 zeigt die an den Scheibenproben erzielten Nitrierhärte-tiefen und Verbindungsschichtdicken. Abbildung 80 bestätigt, dass durch die gewählten Behandlungen unterschiedliche Härteprofile erzielt werden konnten. Die Bandbreite der Nitrierhärte-tiefe reicht von 0,09 mm bis 0,58 mm, womit in etwa der Bereich des beim Nitrieren Möglichen ausgeschöpft wurde.

Nr.	Medium	Behandlung	CLT [μm]	$\sigma_{CLT}$ [μm]	CLT <sub>p</sub> [μm]	$\sigma_p$ [μm]	NHD [mm]
1	Gas	520 °C 90 h K <sub>N</sub> =0,5	0	0	0	0	0,32
2	Gas	520 °C 120 h K <sub>N</sub> =3	23,6	4,8	7,6	1,7	0,58
3	Plasma	520 °C 150 h N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub> =1:8	0	0	0	0	0,42
4	Plasma	520 °C 25 h N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub> =3:1	5,0	0,8	0	0	0,29
5	Plasma	500 °C 40 h N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub> =1:5	0	0	0	0	0,21
6	Gas	520 °C 25 h K <sub>N</sub> =3 + 2,5 % CO <sub>2</sub>	7,5	1,5	3,6	1,6	0,25
7	Gas	520 °C 4 h K <sub>N</sub> =3	4,5	1,5	0	0	0,15
8	Plasma	520 °C 1 h N <sub>2</sub> :H <sub>2</sub> =3:1	0	0	0	0	0,09

Tabelle 27: Nitrierhärte tiefe und Verbindungsschichtdicke nach dem Nitrieren der Scheibenproben

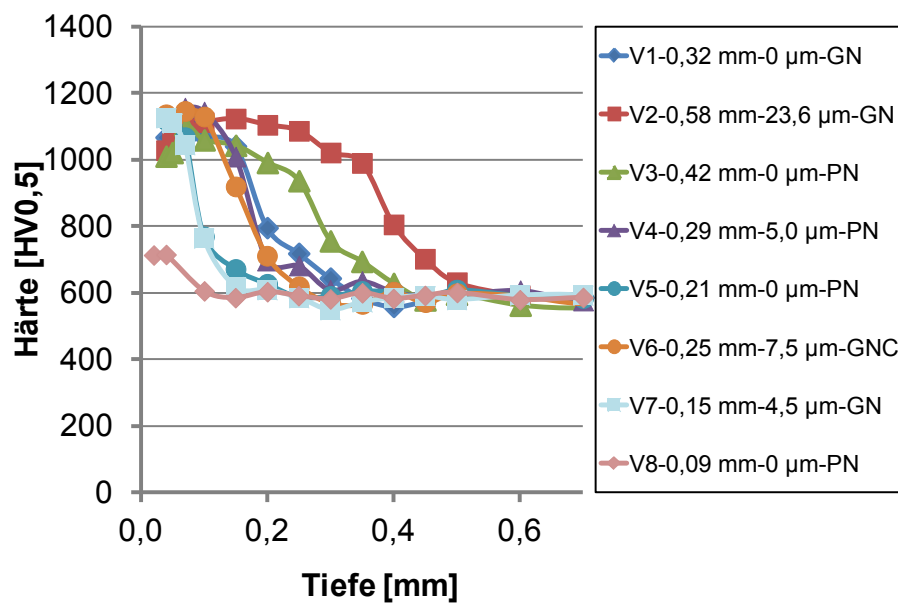
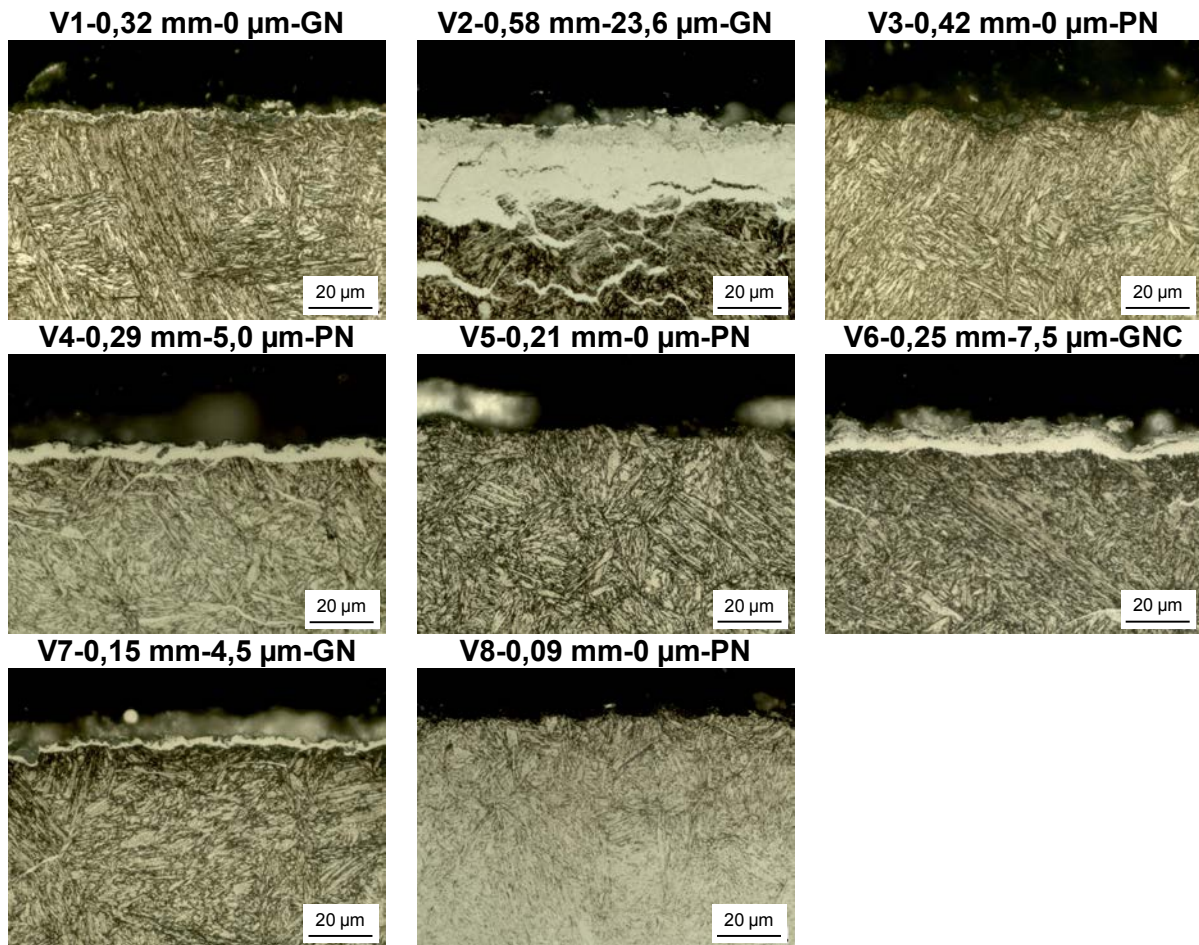


Abbildung 80: Härteverläufe der Begleitproben (Scheibenproben) nach der Behandlung der Werkzeuggesenke

Die Verbindungsschichten (Abbildung 81) konnten durch die gewählten Behandlungen ebenfalls sehr unterschiedlich gestaltet werden. Neben verbindingsschichtfreien Randschichten wurden Verbindungsschichten von unterschiedlicher Dicke und Porosität erzeugt.

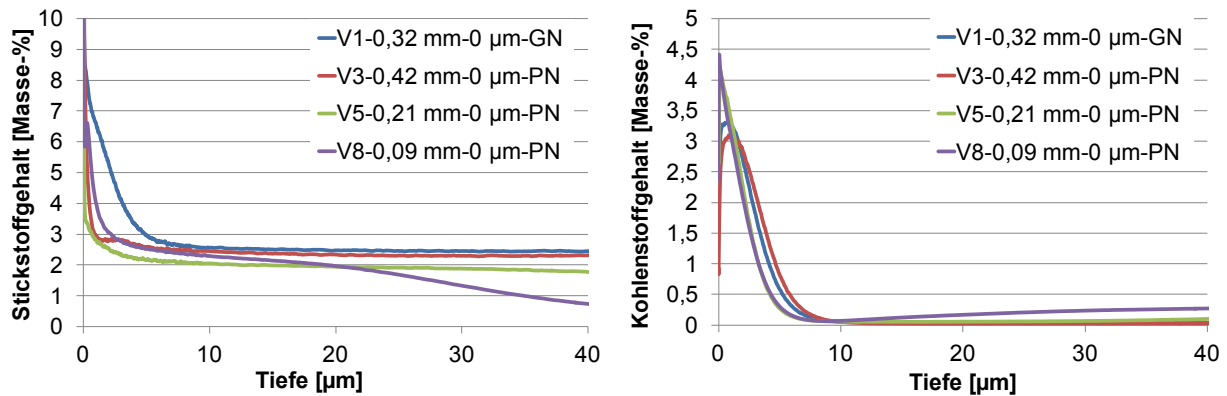




**Abbildung 81: Metallografische Schiffe der begleitenden Scheibenproben**

Die Tiefenverläufe der Elemente Stickstoff und Kohlenstoff sind in *Abbildung 82* aufgetragen. Bei den verbindungsschichtfreien Behandlungen fällt auf, dass der Stickstoffgehalt in Oberflächennähe bei Variante 1 im Bereich des  $\gamma'$ -Nitrids liegt, obwohl hier keine Verbindungsschicht gebildet werden sollte (*Abbildung 82a*). Bei genauer Betrachtung von *Abbildung 81* ist an der Oberfläche der Probe ein dünner heller Ansatz einer Verbindungsschicht zu erkennen. Diese ist jedoch keinesfalls 3-4 µm dick, wie das Stickstoffprofil vermuten lässt. Dieser scheinbare Widerspruch kommt durch die GDOES-Messung zustande. Die Begleitproben hatten durch eine Mikrostrahlbehandlung mit Siliziumcarbid vor dem Nitrieren bzw. Nitrocarburieren eine relativ große Oberflächenrauheit ( $R_a=0,93\text{ }\mu\text{m}$ ). Dadurch erfasst der GDOES-Brennfleck an der Oberfläche eine größere Fläche, was zu einem höheren Stickstoffgehalt führt. Dieser Messfehler verschwindet im Laufe des Sputtervorgangs, sodass die erfasste Fläche der Brennfleckfläche entspricht, sobald die Rauheitsspitzen abgetragen und die Oberfläche dadurch geglättet wurden. Nach dem Abfall des Stickstoffgehaltes bleibt der Wert konstant bei 2-2,5 Masse-%, was der in den Vorversuchen ermittelten Gleichgewichtskonzentration für eine Nitrierkennzahl von  $K_N=0,5$  entspricht (vgl. 5.2.1.1 *Gasnitrieren ohne Verbindungsschicht*). Das Kohlenstoffmaximum an der Probenoberfläche fällt ebenfalls deutlich höher und breiter aus als bei den Vorversuchen. Das liegt zum einen an der eben erwähnten höheren Oberflächenrauheit der mikrogestrahlten Proben und zum anderen an Partikeln vom Mikrostrahlen (Siliziumcarbid), die in der Oberfläche stecken geblieben sind und bei der Analyse mit erfasst werden.

### a) Behandlungen ohne Verbindungsschicht



### b) Behandlungen mit Verbindungsschicht

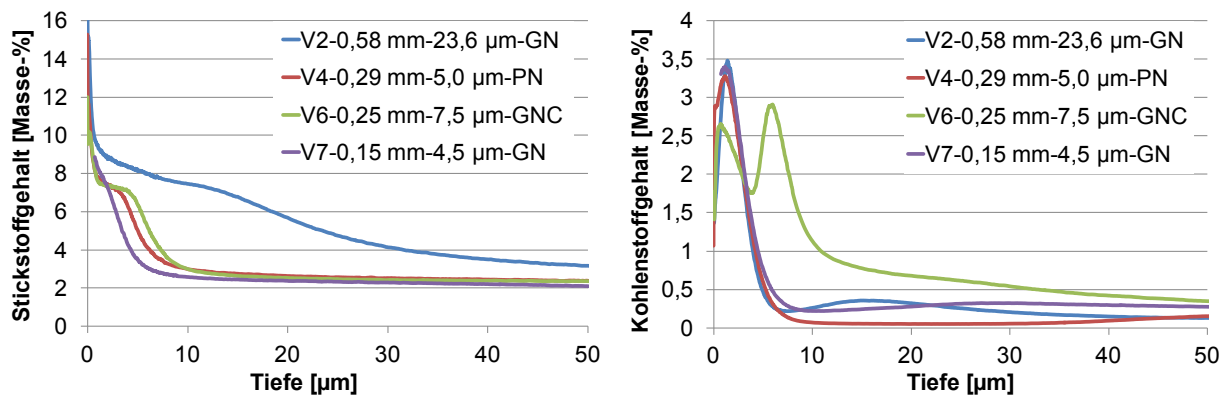


Abbildung 82: Stickstoff- und Kohlenstoffverläufe der Begleitproben nach der Behandlung der Werkzeuggesenke

Auch bei den Behandlungen mit Verbindungsschicht sind die hohen Stickstoffgehalte von bis zu 15 Masse-% im ersten Mikrometer der Verbindungsschichten auf die raue Probenoberfläche zurückzuführen (vgl. *Abbildung 82b*). Die Variante 2, bei der eine dicke  $\varepsilon$ -Verbindungsschicht gebildet werden sollte, hat einen Stickstoffgehalt in der Verbindungsschicht um 8 Masse-%. Bei Reineisen würde diese Konzentration reinem  $\varepsilon$ -Nitrid entsprechen, aufgrund der Legierungselemente des Untersuchungswerkstoffs wird ein Teil des Stickstoffs für die Bildung von Legierungselementnitriden benötigt, trotzdem ist rein rechnerisch  $\varepsilon$ -Nitrid zu erwarten. Bei den anderen drei Varianten beträgt der Stickstoffgehalt in der Verbindungsschicht etwa 7 Masse-%. Bei den Varianten 4 und 7 ist deshalb davon auszugehen, dass ein messbarer  $\gamma'$ -Anteil in der Verbindungsschicht vorliegt. Die Kohlenstoffverläufe der Behandlungen mit Verbindungsschicht haben in den ersten μm ebenfalls ein sehr hohes Kohlenstoffmaximum. Durch die hohe Oberflächenrauheit und Rückstände vom Strahlen fällt dieses auch deutlich höher und breiter aus als bei den Vorversuchen (vgl. 5.2.1.2 *Gasnitrieren mit Verbindungsschicht*). An das Kohlenstoffmaximum schließt sich bei den Varianten 2, 4 und 7 ein entkohelter Bereich an. Die Variante 6 hat aufgrund der zusätzlichen Eindiffusion von Kohlenstoff während der Behandlung in der Verbindungsschicht bis zu 2,8 Masse-% Kohlenstoff. Bei dieser Behandlung ist der  $\varepsilon$ -Anteil am höchsten. Die genauen Phasenanteile sind nur röntgenografisch zu ermitteln, was im Untersuchungsrahmen nicht vorgesehen war.

#### 5.4.1.2. Versuchswerkzeuge

Um das Nitrierergebnis am Werkzeug selber zu überprüfen, wurden jeweils ein Ober- und Untergesenkteil bei den Werkzeugbehandlungen mit nitriert bzw. nitrocarburiert, da die Vergleichbarkeit zwischen Probe und Werkzeug nicht zwingend gegeben ist [Lie06]. Nach dem Nitrieren wurde ein metallografischer Querschliff angefertigt, um die Gleichmäßigkeit der Nitrierschicht im Gravurbereich zu überprüfen. Die einzelnen metallografischen Dokumentationen der Werkzeuge nach dem Nitrieren finden sich im Anhang. Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass sich die in den Vorversuchen an den Scheibenproben ermittelten Behandlungen auf die Obergesenke, die weich bearbeitet, vergütet und mikrogestrahlt wurden, gut übertragen ließen. Alle acht Behandlungen führten zu einer gleichmäßigen Nitrierschicht entlang der Gravur. Beim verbindungs-schichtfreien Gasnitrieren (Variante 1) der Untergesenke gab es Probleme mit einer Passivierung, die durch die Hartbearbeitung der Gravur entstand. Dieses Problem wurde durch ein Annitrieren im Plasma vor der eigentlichen Nitrierbehandlung im Gas überwunden (vgl. 5.2.6 *Kombinationsbehandlungen*). Die Nitrierschichten am Untergesenk sind weniger gleichmäßig als beim Obergesenk. Sowohl in der Verbindungs- als auch in der Ausscheidungsschicht treten Unterschiede zwischen den einzelnen Gravurbereichen auf.

#### 5.4.1.3. Serienwerkzeuge

Da neben den Versuchswerkzeugen auch Werkzeuge aus der Serienfertigung als Referenz eingesetzt wurden, wurde an je einem Ober- und Untergesenk ebenfalls die Nitrierschicht dokumentiert. Die Serienwerkzeuge wurden in einer Lohnhärterei gasnitriert. Die Zielvorgaben waren eine Nitrierhärte-tiefe zwischen 0,15 mm und 0,25 mm sowie eine Verbindungsschichtdicke von max. 5 µm.

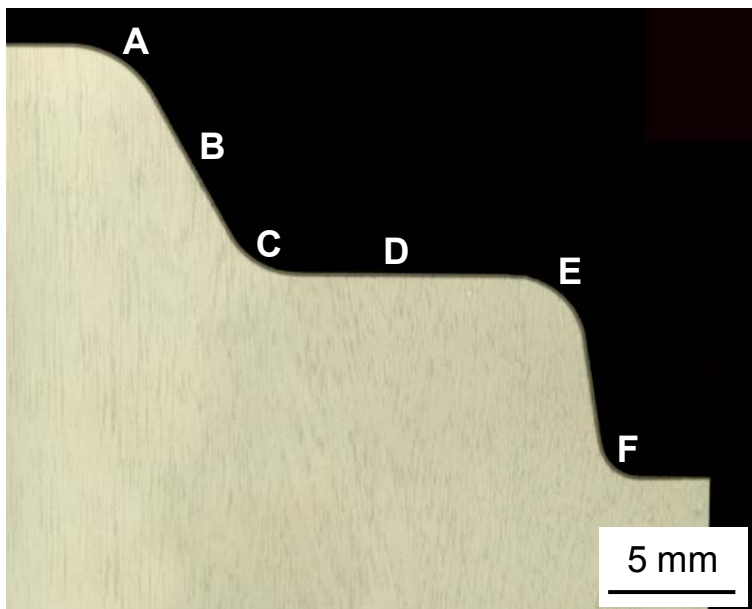


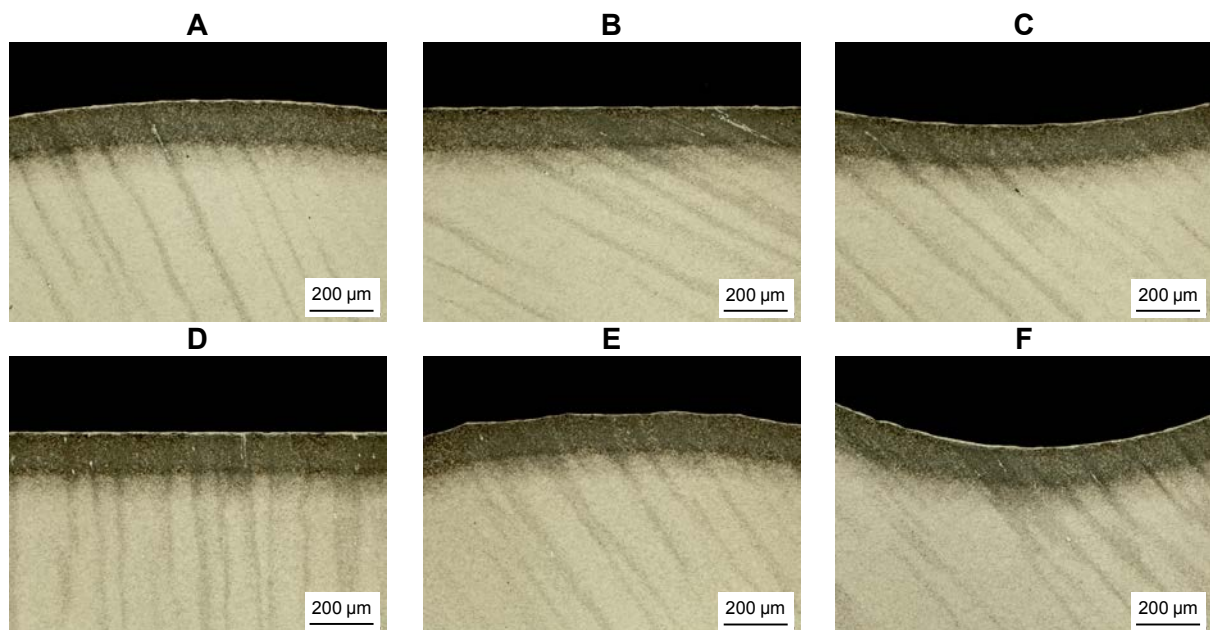
Abbildung 83:  
Serienobergesenk im  
metallografischen Querschliff



Stelle	CLT [µm]	$\sigma_{\text{CLT}}$ [µm]
A	5,5	0,9
B	4,4	1,1
C	4,5	0,8
D	6,6	1,0
E	2,2	0,6
F	6,5	0,4

*Tabelle 28: Verbindungsschichtdicke am Serienobergesenk*

An den Serienwerkzeugen zeigt sich ebenfalls, dass über den Gravurbereich des Obergesenks eine gleichmäßige Nitrierschicht (vgl. *Abbildung 83* und *Abbildung 84*) inklusive einer relativ gleichmäßigen Verbindungsschicht vorliegt (vgl. *Tabelle 28*). Die an der Stelle D gemessene Nitrierhärte liegt mit 0,21 mm im Bereich der Vorgabe von 0,15-0,25 mm. Die Verbindungsschichtdicke ist in einzelnen Gravurbereichen etwas größer als die angestrebten 5 µm, im Bereich E unterschreitet die Verbindungsschichtdicke die Vorgabe.



*Abbildung 84: Metallografische Dokumentation des Serienobergesenks*

*Abbildung 85* zeigt den metallografischen Querschliff des nitrierten Serienuntergesenks in einer Übersichtsaufnahme, die einzelnen Gravurbereiche sind in *Abbildung 86* dargestellt. Wie bei den Versuchswerkzeugen ist die Nitrierschicht am Untergesenk weniger gleichmäßig als am Obergesenk. Stellenweise wurde keine Verbindungsschicht gebildet, in anderen Gravurbereichen ist diese sogar bis zu 8 µm dick und weist einen Porensaum auf (vgl. *Tabelle 29*).

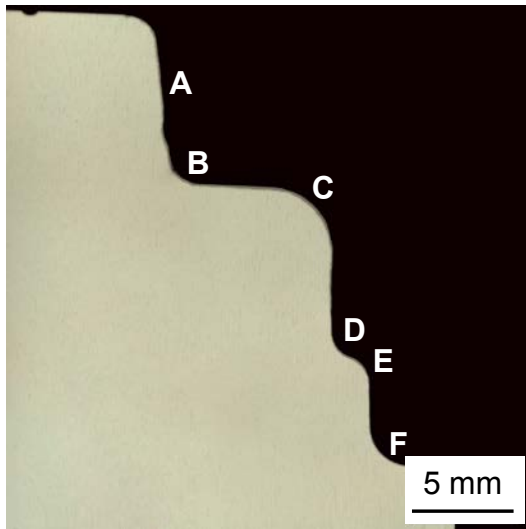


Abbildung 85: Serienuntergesenk im metallografischen Querschliff

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	$\sigma_{\text{CLT}}$ [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	$\sigma_p$ [ $\mu\text{m}$ ]
A	0	0	0	0
B	5,1	1,2	1,3	0,5
C	8,1	1,4	2,3	0,7
D	1,6	0,9	0	0
E	7,2	2,3	1,2	1,0
F	0	0	0	0

Tabelle 29: Verbindungsschichtdicke am Serienuntergesenk

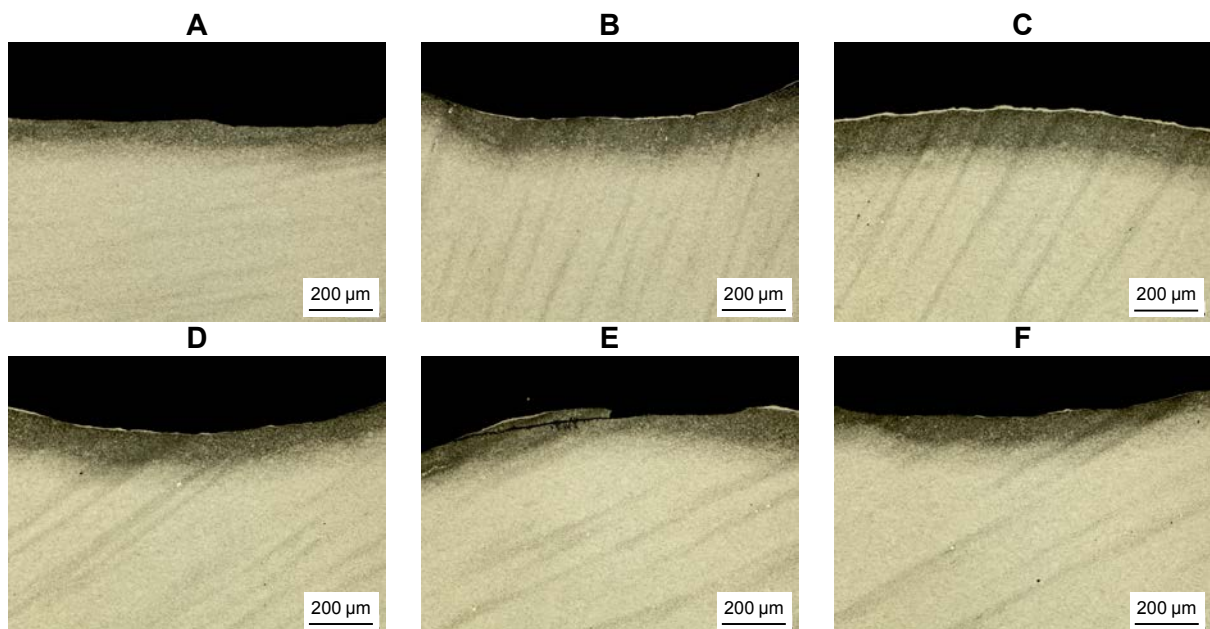


Abbildung 86: Metallografische Dokumentation des Serienuntergesenks

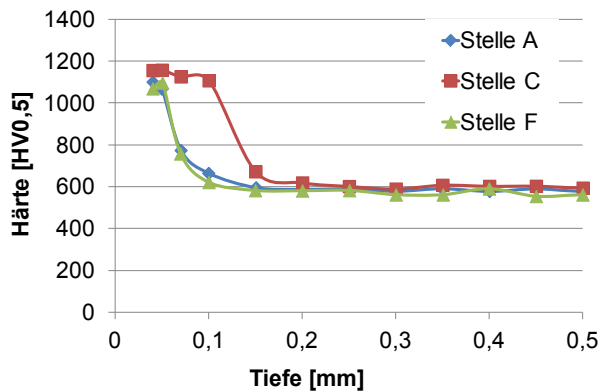


Abbildung 87: Nitrierhärte­tiefe am Serienuntergesenk

Die Nitrierhärte­tiefe wurde wegen der Ungleich­mäßigkeit der Nitrierschicht an drei unterschiedlichen Stellen der Gravur gemessen (Abbildung 87). In den verbindungsschichtfreien Bereichen A und F beträgt die Nitrierhärte­tiefe 0,13 mm bzw. 0,10 mm. Diese Werte liegen unter der Vorgabe von mindestens 0,15 mm. Im Bereich C mit der dicksten Verbindungsschicht wurde eine Nitrierhärte­tiefe von 0,20 mm gemessen. Dieser Wert liegt mitten im vorgegebenen Fenster von 0,15-0,25 mm.

#### 5.4.2. Werkzeugstandmengen

Die durchschnittlich erzielten Standmengen sind in Abbildung 88 aufgetragen. Der Jahresdurchschnitt für die Serienwerkzeuge entspricht 100 %. Der Jahresdurchschnitt wurde über eine große Anzahl von Werkzeugen gemittelt, während von den untersuchten Varianten nur jeweils drei bis vier Werkzeuge zur Verfügung standen und eine statistische Absicherung aufgrund der hohen Standmengenschwankungen nicht gewährleistet ist. Dennoch fällt auf, dass die Standmengen der im ersten Versuchszeitraum eingesetzten Werkzeuge (Varianten 1-4) sowohl beim Ober- als auch beim Untergesenk teilweise deutlich über dem Jahresdurchschnitt liegen. Allerdings ist die Streuung der Standmenge innerhalb einer Behandlungsvariante teilweise sehr hoch. Auffällig ist ebenfalls, dass beide mit Variante 8 behandelten Werkzeuge mit der geringsten Härte­tiefe unter dem Jahresdurchschnitt liegen.

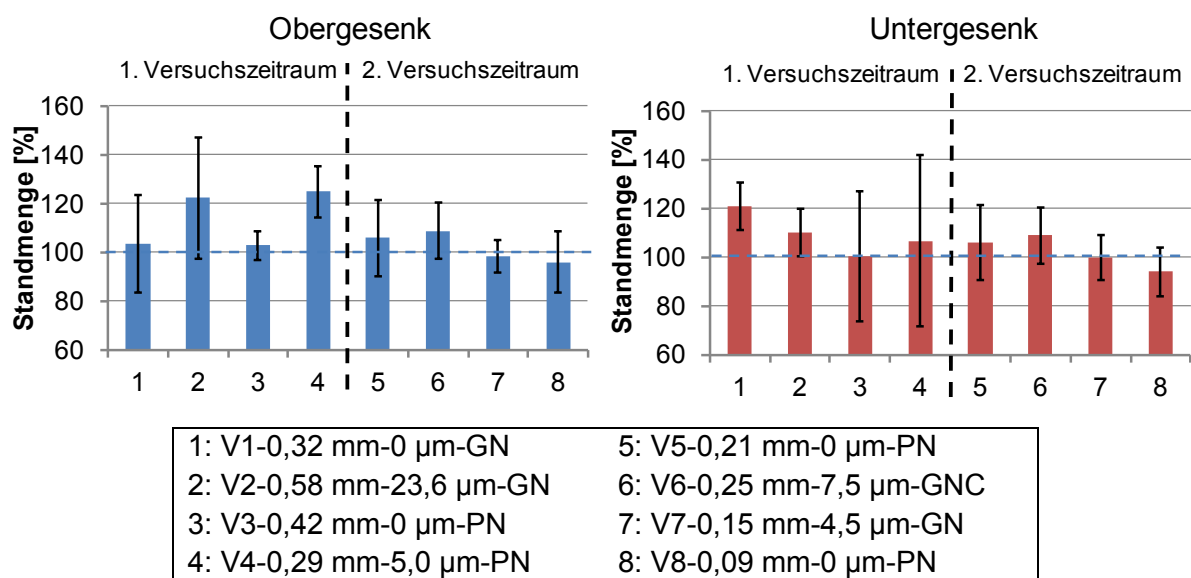


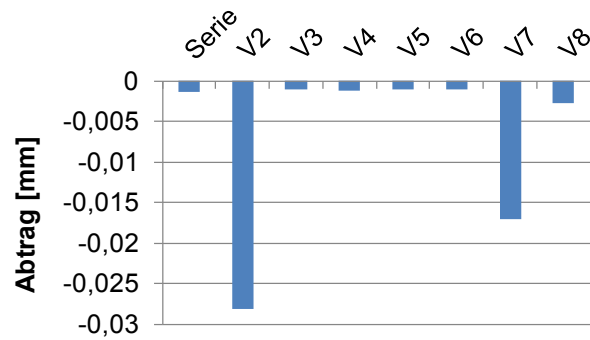
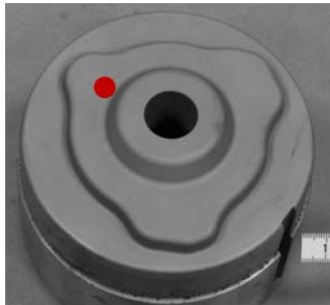
Abbildung 88: Relative Standmengen der Versuchs- und Serienwerkzeuge

### 5.4.3. Werkzeugverschleiß

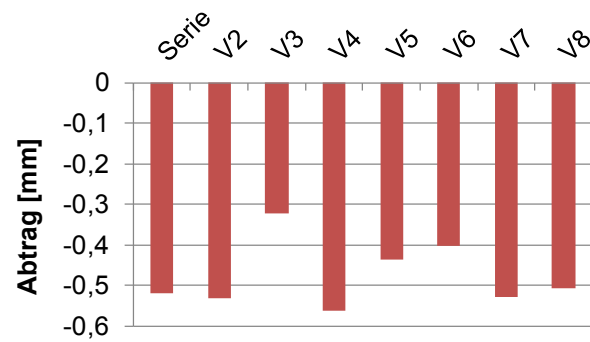
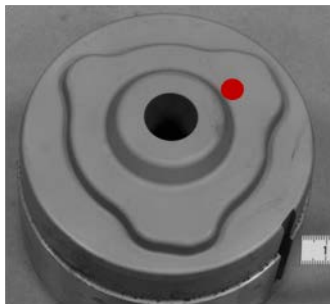
Am Obergesenk wurden für die topografische Bestimmung des Materialabtrags die Messpunkte 1, 2 und 3 in einem flachen Bereich sowie die Messpunkte 4, 5 und 6 an einem Außenradius ausgewählt (vgl. *Abbildung 26*). *Abbildung 89* zeigt die nach gleicher Anzahl an Umformungen (Standmenge 60 %) an den Stellen 1-3 gemessenen Abträge im flachen Bereich der Gravur. Insgesamt ist der Verschleiß an den drei Messstellen sehr unterschiedlich hoch, was auf eine unterschiedliche Beanspruchung an den drei Messstellen hindeutet. Der meiste Verschleiß findet an der Messstelle 2 statt. Es fällt außerdem auf, dass am Werkzeug, das mit Variante 2 (Gasnitrieren, 520 °C 120 h  $K_N=3$ ) nitriert wurde, an den Stellen 1 und 3 der Verschleiß gegenüber den anderen Werkzeugen deutlich höher ist. Bei dieser Behandlung wurde eine sehr hohe Nitrierhärte mit einer dicken porösen Verbindungsschicht erzeugt. In diesem Bereich scheint diese Art von Randschicht eher ungünstig zu sein.

Im Bereich des Außenradius sind die Abträge an den gewählten Messstellen in vergleichbarer Größenordnung (*Abbildung 90*). Nur zwei Werte weichen deutlich ab: Die Variante 4 an der Stelle 5 und die Variante 3 an der Stelle 6. Die hier gemessenen Abträge sind mit ca. 8 mm extrem hoch. Hier muss ein Messfehler vorliegen, da dieser Wert in Relation zur Gravurgeometrie viel zu hoch ist. Die Variante 2 fällt am abrasiv beanspruchten Außenradius (Messstellen 4-6) nicht negativ auf (vgl. *Abbildung 90*). An der Stelle 4 ist der Verschleiß dieser Variante nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge sogar mit Abstand am geringsten.

a) Stelle 1



b) Stelle 2



c) Stelle 3

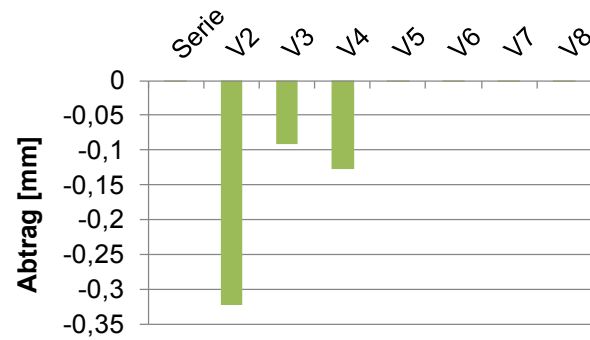
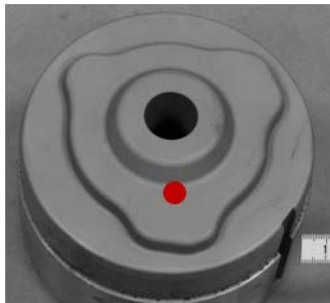
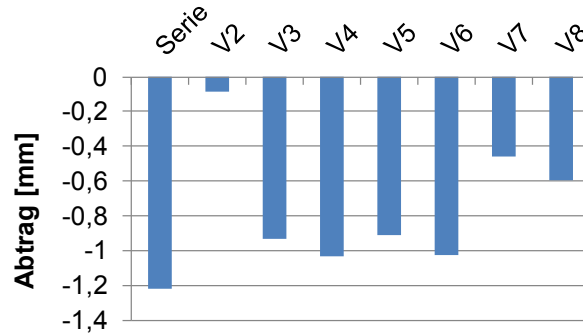
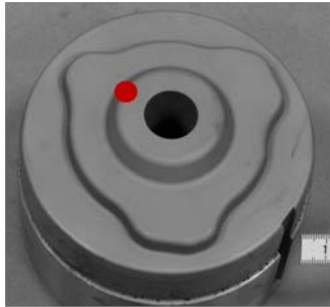
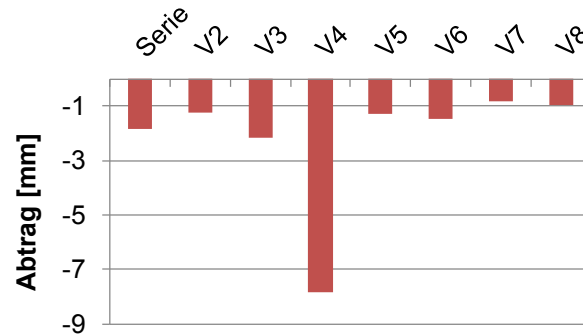
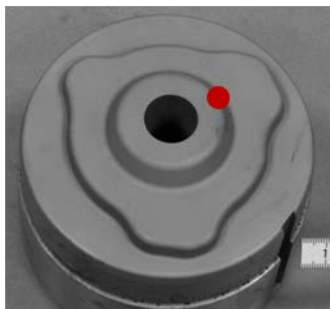


Abbildung 89: Materialabtrag nach einer definierten Anzahl an Umformungen (Standmenge 60 %) im flachen Bereich (Messstellen 1-3) des Obergesenks

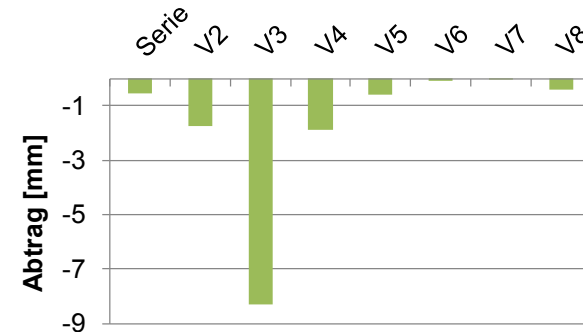
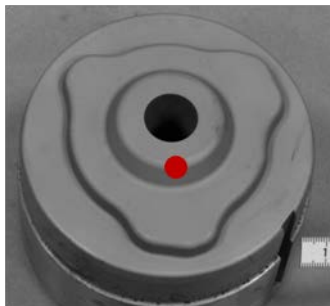
**a) Stelle 4**



**b) Stelle 5**



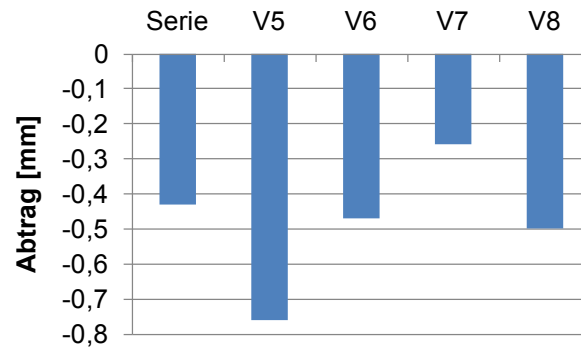
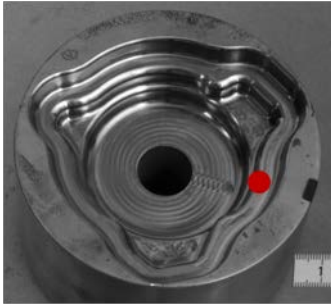
**c) Stelle 6**



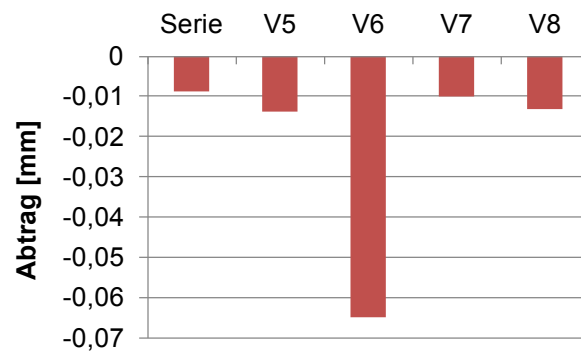
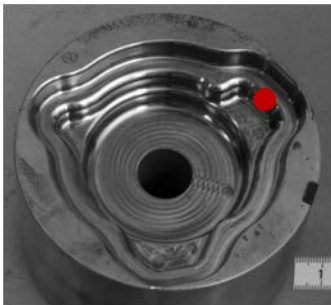
*Abbildung 90: Materialabtrag nach einer definierten Anzahl an Umformungen (Standmenge 60 %) am Außenradius (Messstellen 4-6) des Obergesenks*

Am Untergesenk wurde der Verschleiß an zwei Außenradien gemessen. Für den Vergleich nach einer definierten Anzahl an Umformungen (Standmenge 60 %) standen beim Untergesenk nur die Varianten 5-8 und das Seriengesenk zur Verfügung, da die Varianten 1-4 bereits verschlissen waren, als aus Gründen der besseren Vergleichbarkeit diese Vergleichsmarke beschlossen wurde. *Abbildung 91* zeigt die an den Stellen 1, 3, 5 und 7 am oberen Radius gemessenen Materialabträge nach einer Standmenge von 60 %. Der Verschleiß liegt an den vier Messstellen in der gleichen Größenordnung. Die Variante 6 (Gasnitrocarburieren, 520 °C 25 h  $K_N=3 + 2,5 \% CO_2$ ) hat an den Stellen 3 und 7 mit Abstand den größten Materialabtrag. An den Stellen 1 und 5 liegt der Verschleiß dieser Behandlung im Bereich der anderen Varianten. Auch an den Messstellen 2, 4, 6 und 8 am unteren Radius (*Abbildung 92*) fällt der Materialabtrag der Variante 6 nicht heraus.

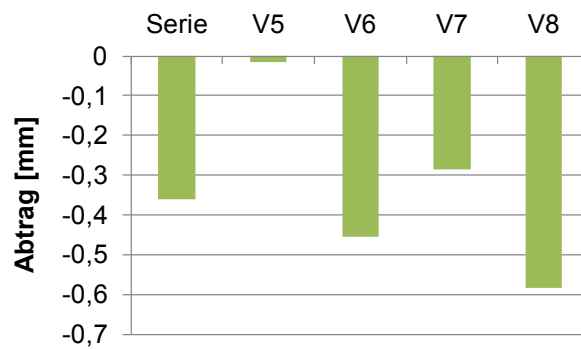
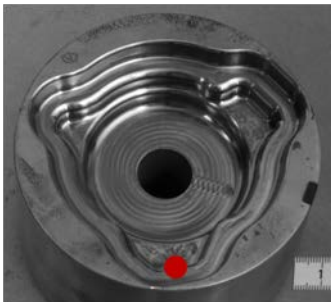
**a) Stelle 1**



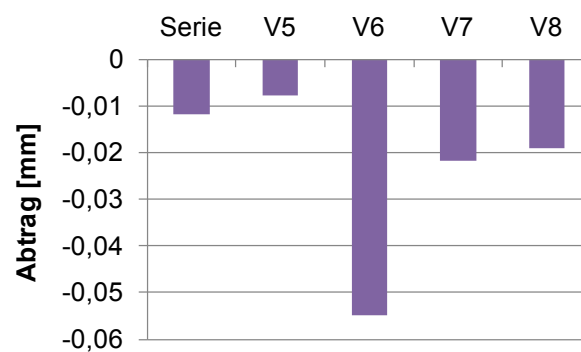
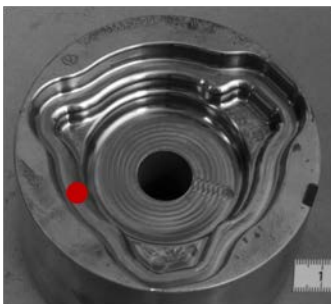
**b) Stelle 3**



**c) Stelle 5**



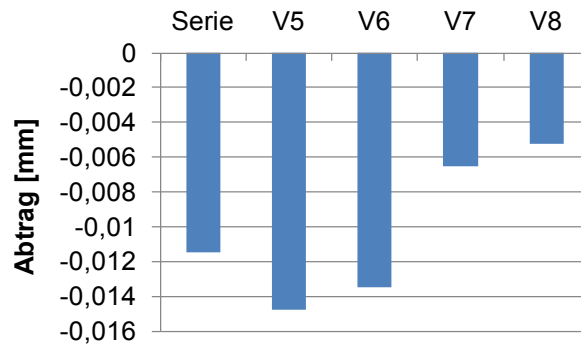
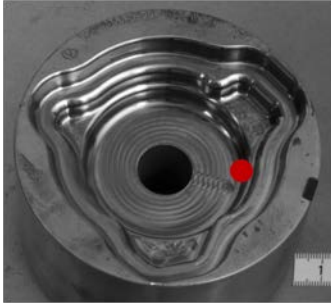
**d) Stelle 7**



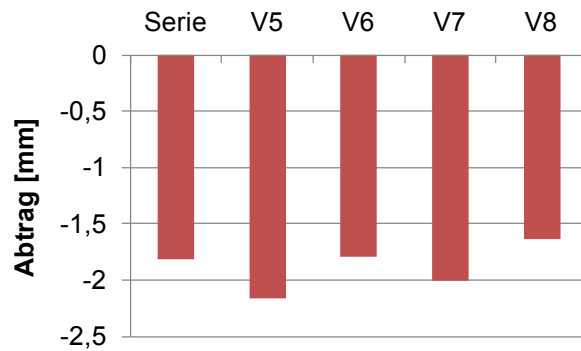
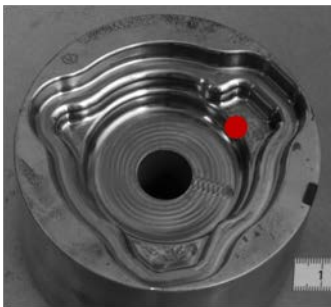
*Abbildung 91: Materialabtrag nach einer definierten Anzahl an Umformungen (Standmenge 60 %) am oberen Außenradius (Messstellen 1, 3, 5, 7) des Untergesenks*



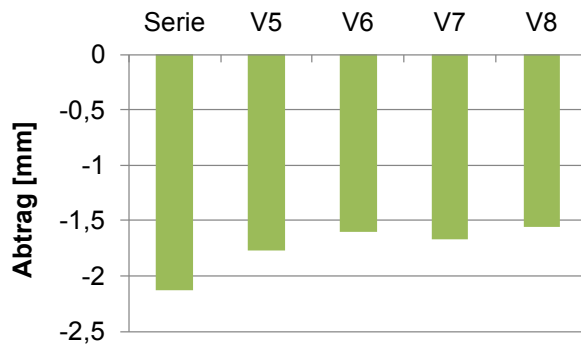
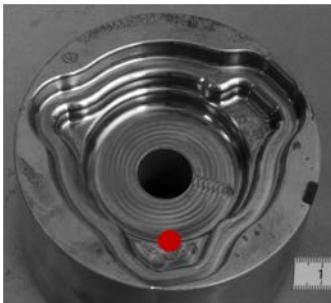
a) Stelle 2



b) Stelle 4



c) Stelle 6



d) Stelle 8

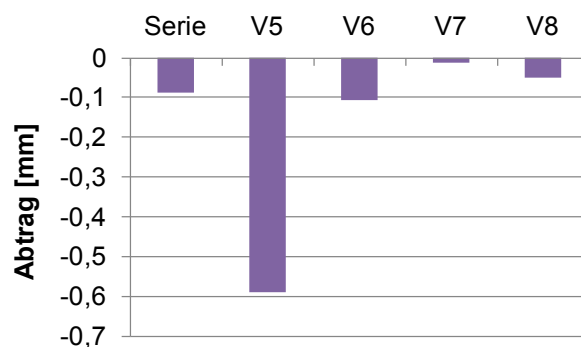
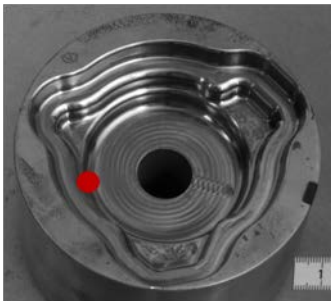


Abbildung 92: Materialabtrag nach einer definierten Anzahl an Umformungen (Standmenge 60 %) am unteren Außenradius (Messstellen 2, 4, 6, 8) des Untergesenks

Am unteren Außenradius scheint die Beanspruchung an den gewählten Messstellen unterschiedlich zu sein. Über alle Varianten gesehen ist der Materialabtrag an den Stellen 4 und 6 deutlich größer als an den Stellen 2 und 8 (vgl. *Abbildung 92*). Die Variante 5



(Plasmanitrieren, 500 °C 40 h  $N_2:H_2=1:5$ ) hat an der Stelle 8 im Vergleich zu den anderen vier Werkzeugen einen besonders hohen Verschleiß. Auch an den anderen drei Messstellen gehört diese Variante zu denen, die den höchsten Verschleiß aufweisen. Das Ziel dieser Behandlungsvariante war, durch eine niedrigere Nitriertemperatur die maximalen Druckeigenspannungen (um ca. 100-200 MPa) zu erhöhen (vgl. 5.3.3 *Beeinflussung der Eigenspannungen beim Nitrieren*). Ein direkter Vergleich ist am Untergesenk nicht möglich, da für die Variante 4 keine Verschleißwerte nach einer Standmenge von 60 % vorliegen. Es kann nur festgehalten werden, dass sich die höheren Eigenspannungen möglicherweise negativ auf das Verschleißverhalten am unteren Radius auswirken. Am oberen Radius kann dieser Trend nicht festgestellt werden (vgl. *Abbildung 91*). Nur an der Stelle 1 ist der Materialabtrag der Variante 5 nach einer Standmenge von 60 % höher als bei den anderen Varianten. An den Messstellen 5 und 7 hat diese Variante sogar den geringsten Verschleiß.

#### **5.4.4. Werkzeugschädigungen**

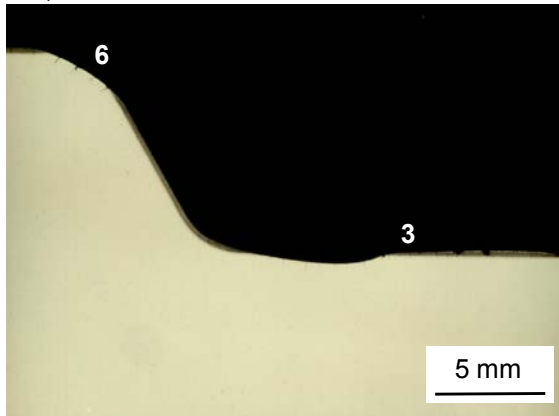
Zur genaueren Analyse der Schäden wurde ein Teil der Werkzeuge metallografisch analysiert (vgl. *Tabelle 14*). Dabei wurden Werkzeuge mit besonders hohen und besonders niedrigen Standmengen ausgewählt, um den Schadensfortschritt zu beobachten.

##### **5.4.4.1. Obergesenke**

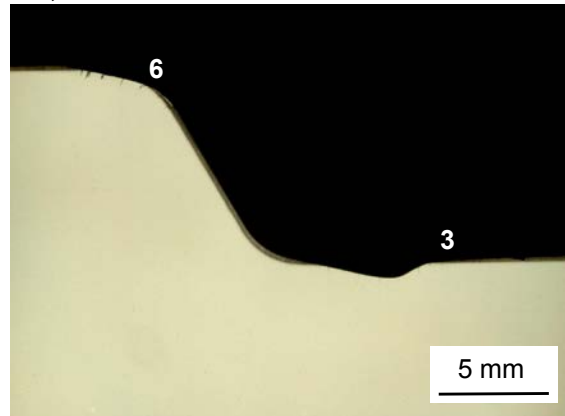
Die Obergesenke M2 und M3 wurden beide nach Variante 1 nitriert, die Standmengen dieser beiden Werkzeuge sind jedoch sehr unterschiedlich: Das Werkzeug M3 erreichte eine Standmenge von 82 % während das Werkzeug M2 mit 121 % eine deutlich höhere Standmenge erzielen konnte. Die Querschliffe durch die Messstellen 3 und 6 zeigt *Abbildung 93*. Die Auswaschung an der Stelle 3 ist bei dem Werkzeug, das länger im Einsatz war, deutlich tiefer als bei dem kürzer eingesetzten Werkzeug. Das lässt vermuten, dass hier ein kontinuierlicher Materialabtrag stattfindet. Im Bereich des Innenradius ist die Nitrierschicht noch vorhanden (*Abbildung 93*). Eine Schädigung durch Warmrisse liegt in beiden Fällen vor. Im Bereich des Innenradius hat so gut wie kein Härteverlust stattgefunden (*Abbildung 94*). Da die Nitrierschicht für diese Anzahl an Umformungen bis etwa 560-570 °C anlassstabil bleibt (vgl. *Abbildung 28*), kann die Temperatur diesen Wert nicht für längere Zeit überschritten haben.

Das Schädigungsbild an Stelle 6 ist trotz der unterschiedlichen Standmenge sehr ähnlich. Die Nitrierschicht ist am abrasiv beanspruchten Außenradius an beiden Werkzeugen komplett abgetragen. Außerdem sind tiefe, breite Warmrisse entstanden. Im Übergangsbereich von der Krümmung zum geraden Bereich der Gravur sind noch Reste der Nitrierschicht (dunkler Bereich) zu erkennen. Auch in der Nitrierschicht sind bei beiden Werkzeugen Warmrisse entstanden. Im oberflächennahen Bereich der Nitrierschicht ist eine helle Zone zu erkennen. Die Härteverläufe (*Abbildung 94*) im Bereich des Außenradius zeigen einen deutlichen Härteabfall. Die Härte in der Temperatureinflusszone ist geringer als die Kernhärte, da die Temperaturen beim Schmieden über der Anlasstemperatur beim Vergüten liegen und die anlassbeständigere Nitrierschicht nicht mehr vorhanden ist. Zu Beginn des Härteverlaufes (also in 40 µm Tiefe) haben beide Werkzeuge an Stelle 6 eine Härte von ca. 250 HV<sub>0,5</sub>. Diese Härte entspricht einer Anlasstemperatur von etwa 670 °C (vgl. *Abbildung 30*).

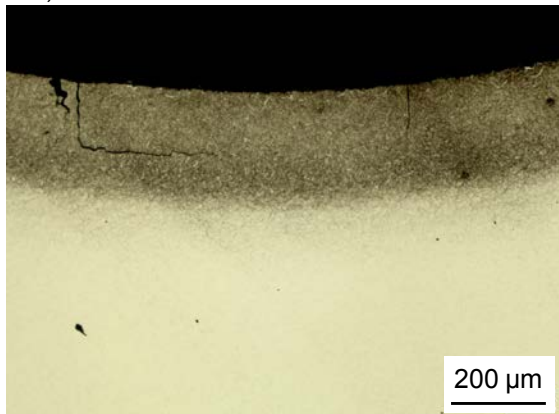
M3, Übersicht



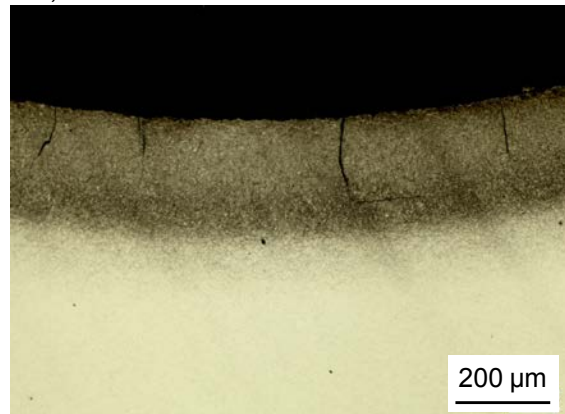
M2, Übersicht



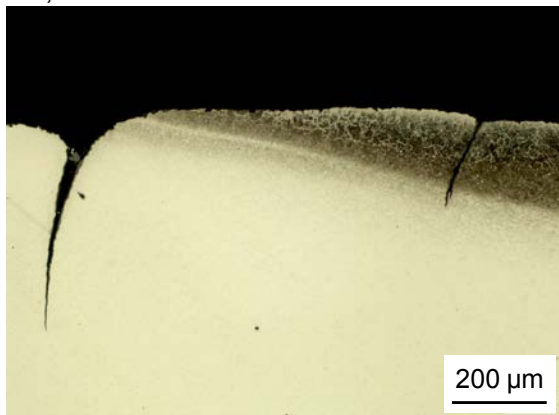
M3, Stelle 3 Innenradius



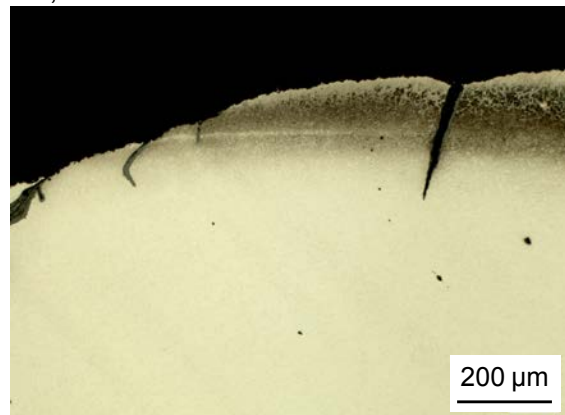
M2, Stelle 3 Innenradius



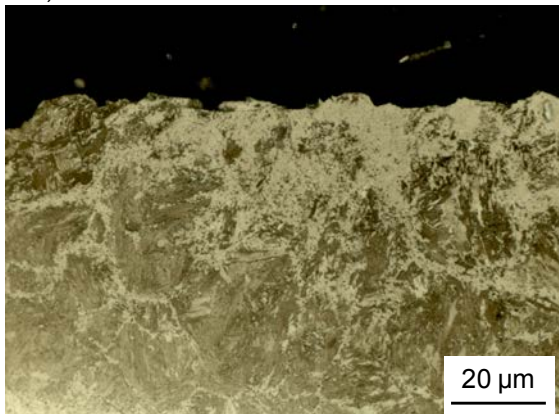
M3, Stelle 6 Außenradius



M2, Stelle 6 Außenradius



M3, Stelle 6 Außenradius



M2, Stelle 6 Außenradius

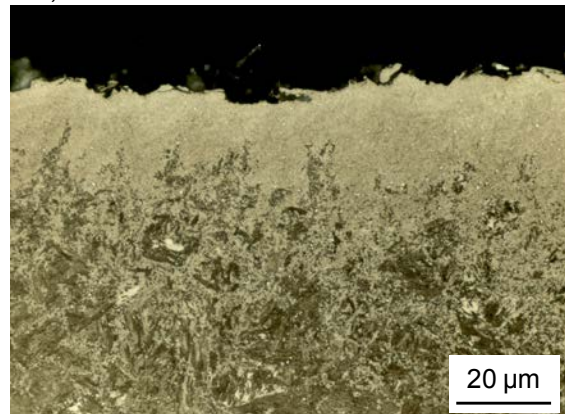
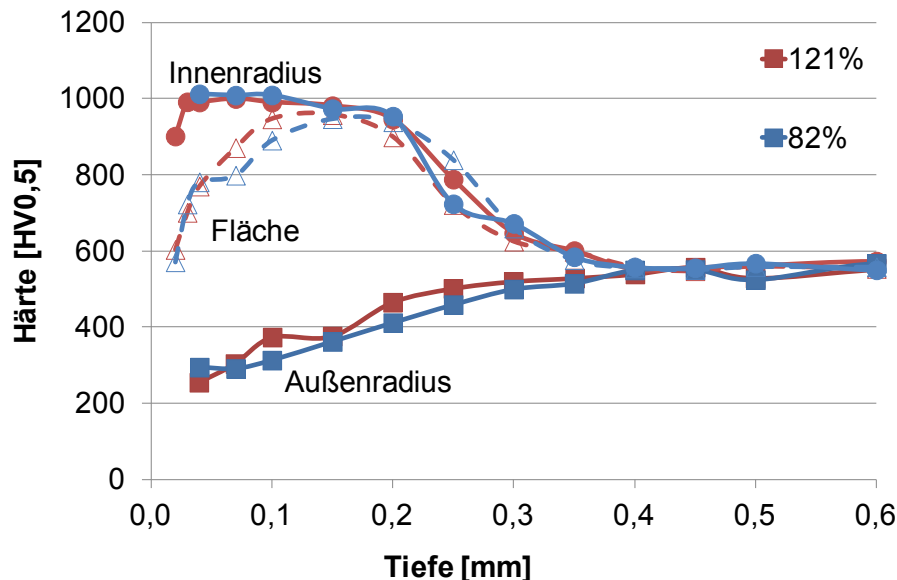


Abbildung 93: Obergesenke M2 und M3 (Variante 1) an den Messstellen 3 und 6 nach Standmengen von 82 % und 121 %

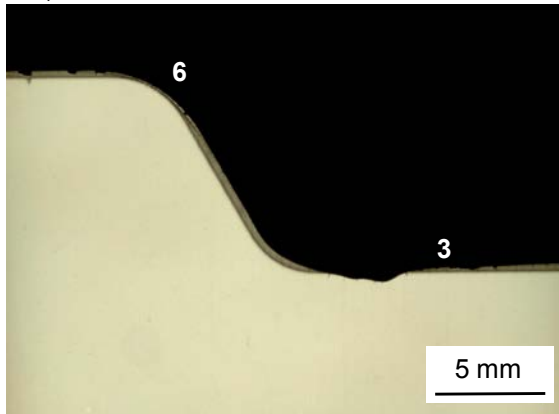
Im Bereich der Fläche, die sich an die Auswaschung anschließt, liegt die Härte mit ca. 550 HV<sub>0,5</sub> zu Beginn der Härtemessung (*Abbildung 94*) unter der ursprünglichen Härte der Nitrierschicht, sodass durch die thermische Belastung ein Anlassen stattgefunden haben muss. Aus dem Anlassdiagramm der Nitrierschicht (*Abbildung 28*) ergibt sich eine Temperatur von ca. 700 °C in 40 µm Tiefe.



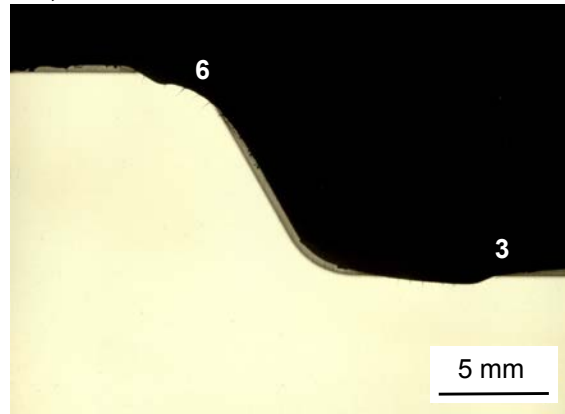
*Abbildung 94: Härteverläufe der Obergesenke M2 und M3 (Variante 1) an den Messstellen 3 und 6 nach Standmengen von 82 % und 121 %*

*Abbildung 95* zeigt die nach Variante 2 nitrierten Obergesenke M5 und M9 nach einer Standmenge von jeweils 108 %. Obwohl mit beiden Werkzeugen die gleiche Anzahl an Umformungen durchgeführt wurde, ist die Schädigung der Werkzeuge unterschiedlich ausgeprägt. Die Auswaschung an Stelle 3 scheint beim Werkzeug M9 stärker ausgeprägt zu sein. Die Tiefe des Materialverlusts ist bei beiden Werkzeugen zwar etwa gleich, beim Werkzeug M9 ist dieser Bereich aber breiter (*Abbildung 95*). Im Bereich des Innenradius sieht die Schädigung der beiden Gesenke mit gleicher Nitrierbehandlung und Standmenge ähnlich aus. Die Verbindungsschicht ist nicht mehr vorhanden, die darunter liegende Ausscheidungsschicht ist von Warmrissen durchzogen. Die Risse enden alle innerhalb der Nitrierschicht. Die an den Werkzeugen M5 und M9 gemessenen Härteverläufe sind in *Abbildung 96* dargestellt. Die Härte in dem gerade diskutierten Bereich entspricht etwa der Härte nach dem Nitrieren und auch die Nitrierhärte tiefe ist noch weitgehend vorhanden (*Abbildung 80*). Bei dieser Behandlungsvariante lag ursprünglich eine Verbindungsschicht von ca. 20 µm Dicke (vgl. *Tabelle 27*) vor. Diese ist während der Abschmiedung abgetragen worden. Es kann anhand dieser beiden Werkzeuge jedoch nicht festgestellt werden, ob die Verbindungsschicht kontinuierlich abgetragen wurde oder in größeren Stücken herausgebrochen ist und zu welchem Zeitpunkt dies passiert ist. Im Bereich der thermischen Ermüdung scheint der Verschleiß der Werkzeuge ebenfalls ähnlich zu sein. Die Härteverläufe (*Abbildung 96*) sind bei den beiden Werkzeugen fast deckungsgleich. Die Nitrierhärte tiefe ist geringfügig verringert gegenüber dem Ausgangszustand (*Abbildung 80*). Am Rand hat ein Anlassen mit dem damit verbundenen Härteabfall stattgefunden, die Härte liegt in 40 µm Tiefe mit 800 HV<sub>0,5</sub> aber immer noch deutlich über der Kernhärte. Laut Anlassdiagramm (*Abbildung 28*) muss die Temperatur dort etwa 640 °C betragen haben.

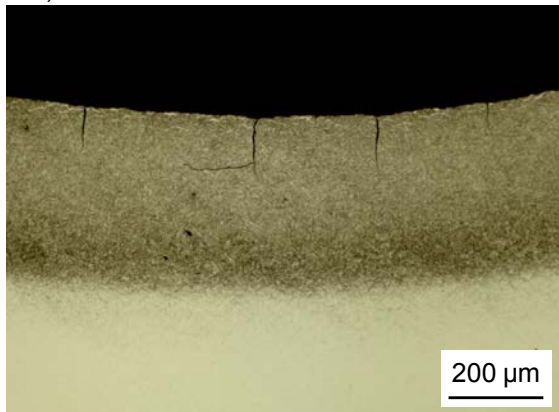
M5, Übersicht



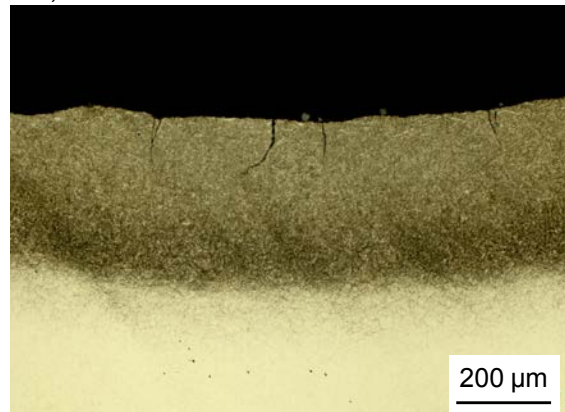
M9, Übersicht



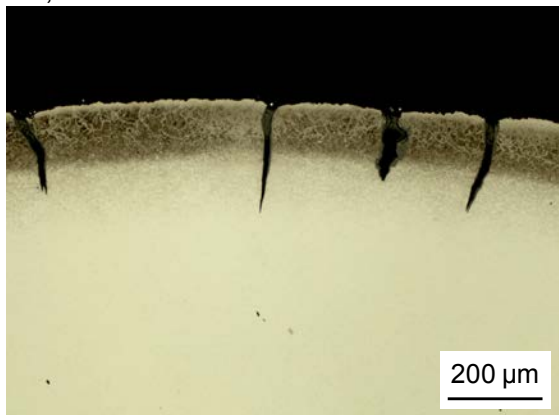
M5, Stelle 3 Innenradius



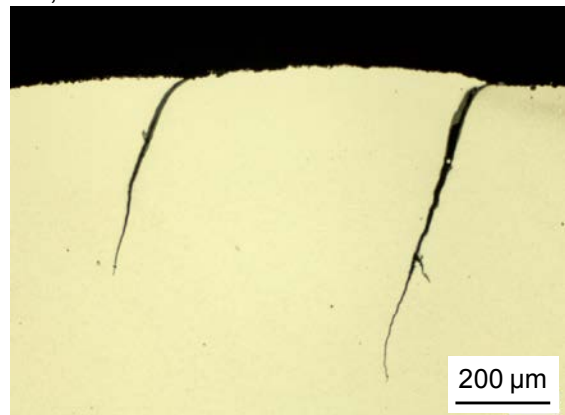
M9, Stelle 3 Innenradius



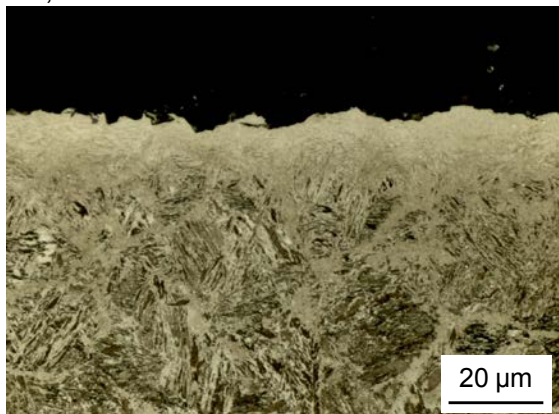
M5, Stelle 6 Außenradius



M9, Stelle 6 Außenradius



M5, Stelle 6 Außenradius



M9, Stelle 6 Ende Außenradius

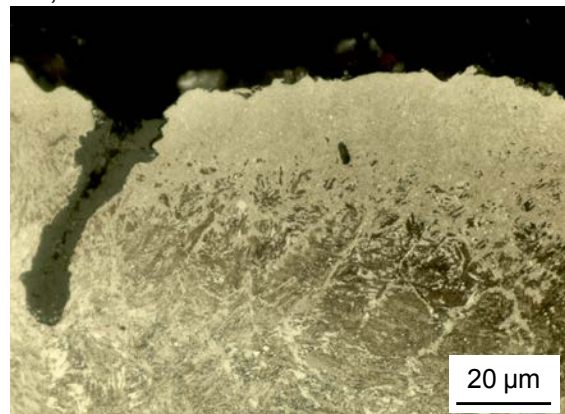


Abbildung 95: Obergesenke M5 und M9 (Variante 2) an den Messstellen 3 und 6 nach jeweils 108 % der durchschnittlichen Standmenge

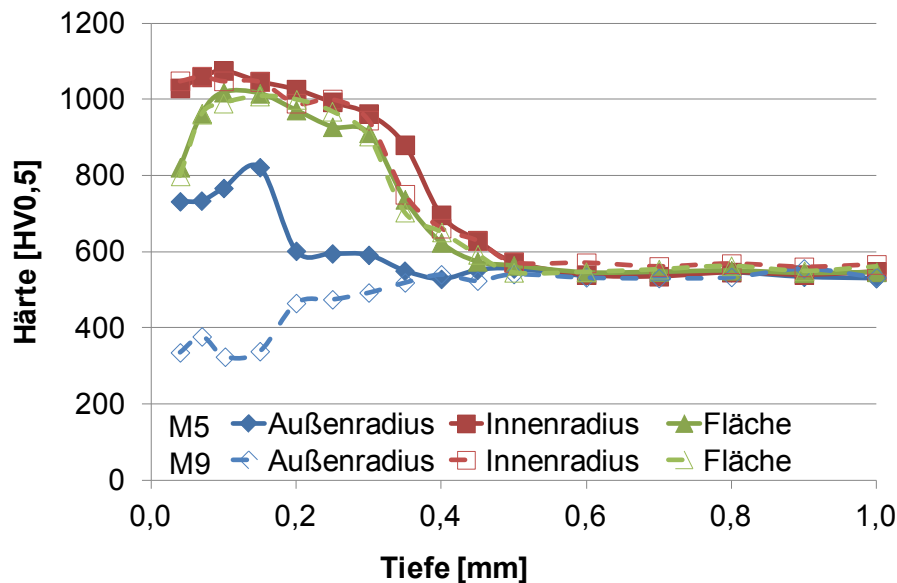


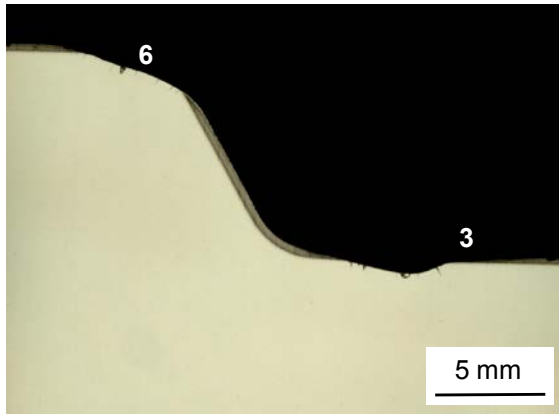
Abbildung 96: Härteverläufe der Obergesenke M5 und M9 (Variante 2) an den Messstellen 3 und 6 nach jeweils 108 % der durchschnittlichen Standmenge

Am Obergesenk M5 ist an der Stelle 6 noch ein Teil der Nitrierschicht vorhanden, während bei Gesenk M9 die Nitrierschicht an dieser Stelle komplett abgetragen ist. Da beide Werkzeuge die gleiche Standmenge haben, ist zu vermuten, dass der Verschleiß nicht komplett linear abläuft. Unabhängig vom Vorhandensein der Nitrierschicht sind an beiden Werkzeugen wieder die typischen Warmrisse zu sehen. Die Härteverläufe an der Stelle 6 (Abbildung 96) unterscheiden sich erwartungsgemäß: Im Falle der nicht mehr vorhandenen Nitrierschicht ist die Härte in der Temperatureinflusszone unter die Kernhärte gesunken. Bei dem Werkzeug mit der noch teilweise vorhandenen Nitrierschicht ist zwar auch ein Härteverlust durch Anlassen der Nitrierschicht zu beobachten, jedoch ist die Härte im Randbereich noch deutlich erhöht gegenüber der Kernhärte. Ein Vergleich der Härte mit den Anlassdiagrammen (Abbildung 28 und Abbildung 30) ergibt für die Stelle 6 eine Temperatur von 640-670 °C in 40 µm Tiefe.

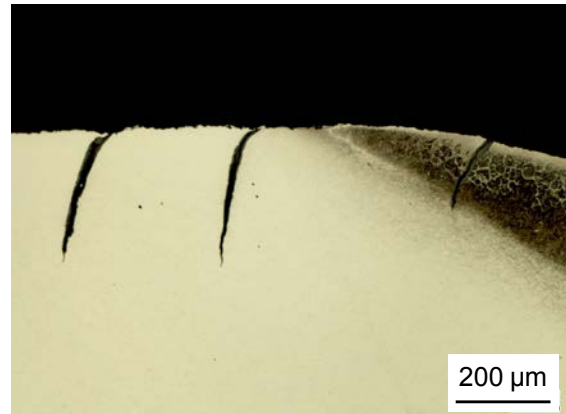
Das Obergesenk M6 (Abbildung 97) wurde ebenfalls nach Variante 2 nitriert. Dieses Werkzeug hat mit 151 % die höchste Standmenge von allen Versuchswerkzeugen erzielt. Die Schädigungen an den betrachteten Stellen sind an diesem Werkzeug auch stärker ausgeprägt. An der Stelle 3 ist die Auswaschung tiefer und es sind zusätzlich Warmrisse zu sehen. Am Innenradius sind im Gegensatz zu den kürzer eingesetzten Werkzeugen M5 und M9 helle Bereiche an der Oberfläche zu beobachten und neben den Warmrisen gibt es Stellen, an denen größere Teile der Nitrierschicht herausgebrochen sind. Ansonsten sind die Härte und Tiefe der Nitrierschicht auch nach einer Standmenge von 151 % in diesem Bereich noch weitestgehend erhalten (Abbildung 98). Im sich an die Messstelle 3 anschließenden flachen Gravurbereich verläuft die Härte ebenfalls ähnlich wie bei den zuvor diskutierten Werkzeugen M5 und M9 (Abbildung 96 und Abbildung 98).



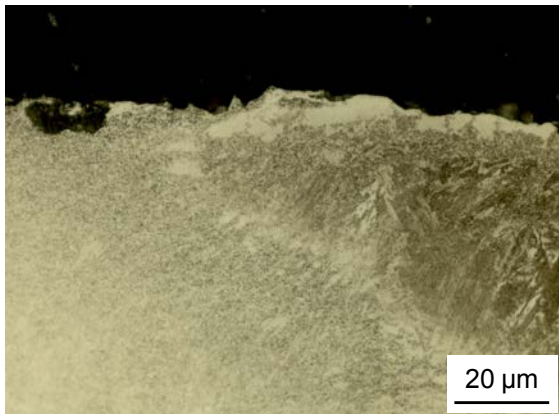
Übersicht



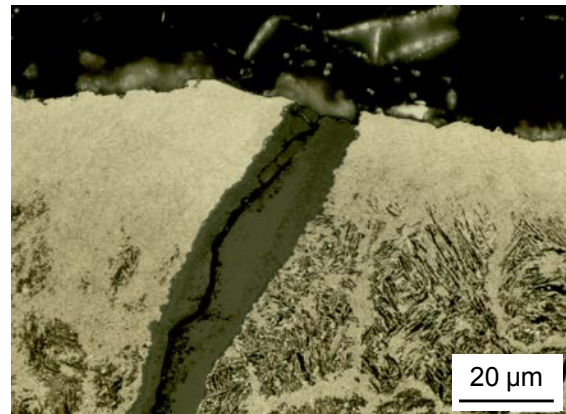
Stelle 6 Außenradius



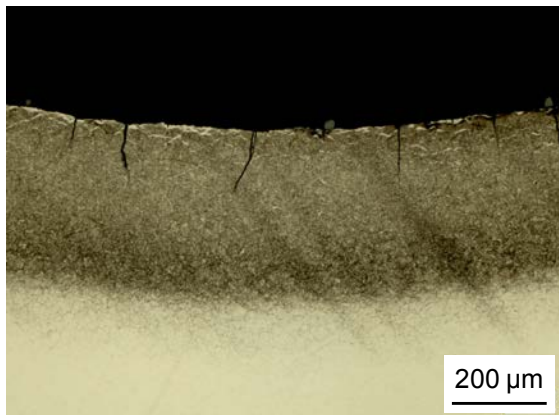
Stelle 6 Außenradius



Stelle 6 Außenradius



Stelle 3 Innenradius



Stelle 3 Innenradius

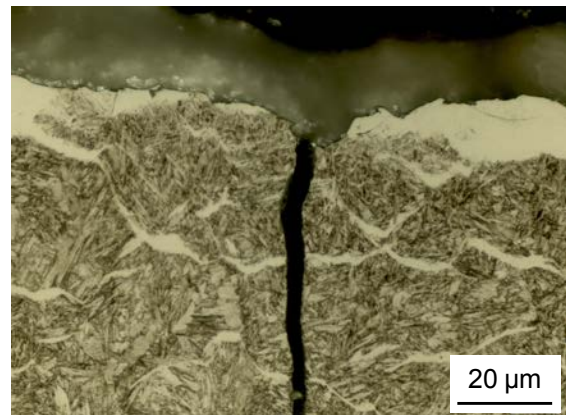


Abbildung 97: Obergesenk M6 (Variante 2) an den Messstellen 3 und 6 nach einer Standmenge von 151 %

An der Stelle 6 am Außenradius ist die Nitrierschicht komplett abgetragen. Auch hier sind neben den Warmrissen größere Ausbrüche an der Werkzeugoberfläche zu sehen (Abbildung 97). Auf den Resten der Nitrierschicht im Übergangsbereich zum flachen Bereich unterhalb des Radius sind helle Gefügebereiche entstanden. Die Härte an der Stelle 6 ist vergleichbar mit der am Werkzeug M9 an derselben Stelle gemessenen Härte (Abbildung 98), was nicht überraschend ist, da in beiden Fällen die Nitrierschicht nicht mehr vorhanden ist und die Temperatureinwirkung direkt am Grundwerkstoff erfolgte.

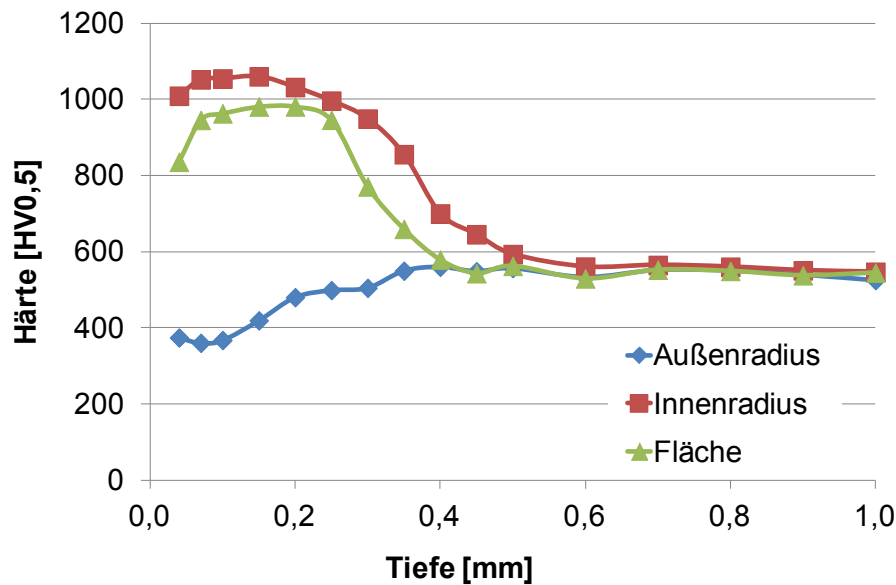
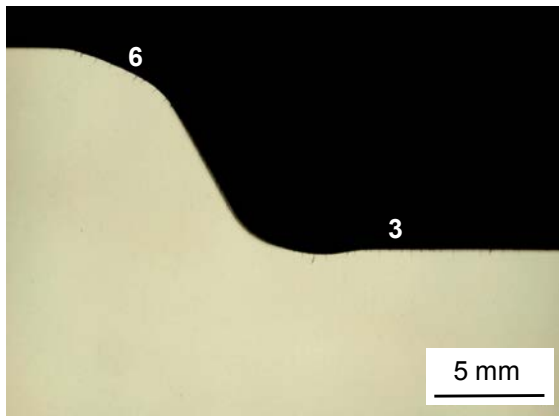


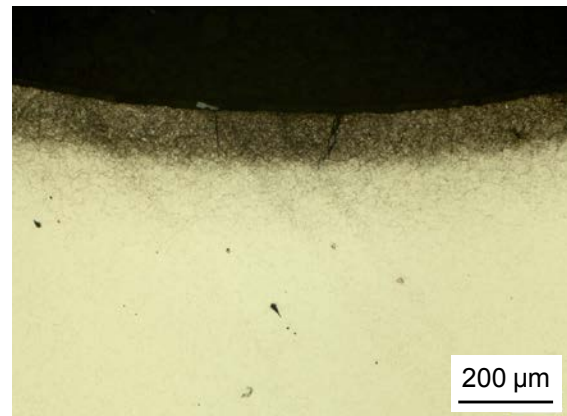
Abbildung 98: Härteverläufe am Obergesenk M6 (Variante 2) an den Messstellen 3 und 6 nach einer Standmenge von 151 %

Das Werkzeug M11 wurde nach Variante 3 verbindungsschichtfrei plasmanitriert. Abbildung 99 zeigt das Werkzeug nach seiner Lebensdauer von 109 % der durchschnittlichen Standmenge.

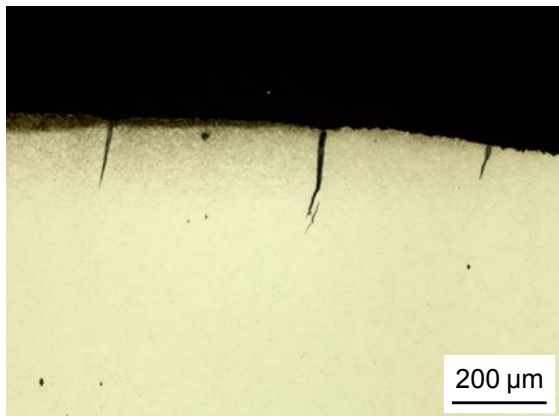
#### Übersicht



#### Stelle 3 Innenradius



#### Stelle 6 Außenradius



#### Stelle 6 Außenradius

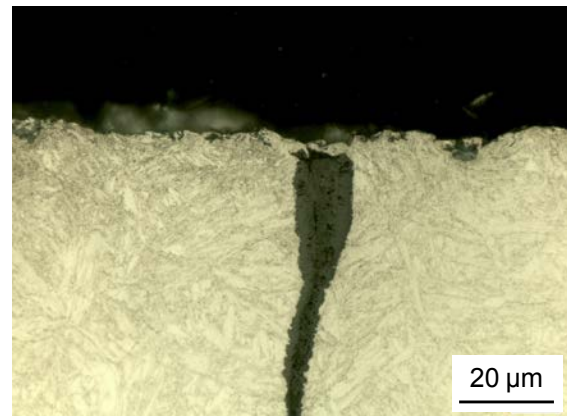
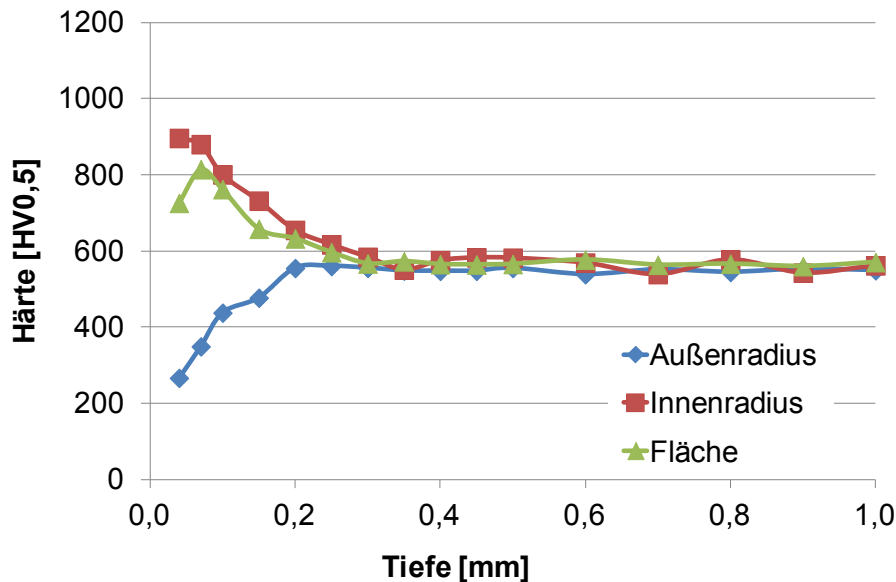


Abbildung 99: Obergesenk M11 (Variante 3) an den Messstellen 3 und 6 nach einer Standmenge von 109 %

Am Außenradius ist die Nitrierschicht nicht mehr vorhanden, es sind Warmrisse entstanden und der Werkstoff wurde durch die hohe Temperatureinwirkung angelassen (Abbildung 100).



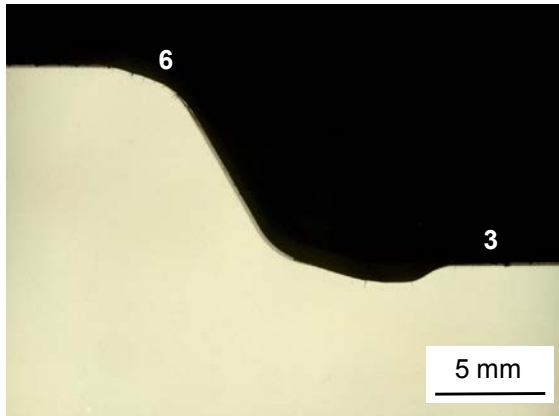
Am Innenradius scheint die Nitrierschicht ihren Zweck trotz der ebenfalls vorhandenen Warmrisse zu erfüllen. Die Oberflächenhärte war aufgrund der verbindingsschichtfreien Nitrierung von vornherein etwas geringer als bei den Behandlungen mit Verbindungsschicht. Durch Anlassen ist die Härte der Nitrierschicht weiter gesunken. Die Auswaschung am Fuße des Innenradius scheint bei diesem Werkzeug nicht so stark ausgeprägt zu sein wie bei den vorher betrachteten (vgl. *Abbildung 93*, *Abbildung 95*, *Abbildung 97*). In dem anschließenden flachen Gravurbereich ist die Nitrierhärte durch Anlassen gesunken.



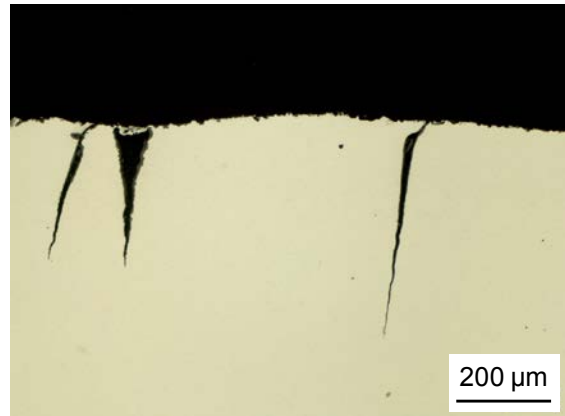
*Abbildung 100: Härteverläufe am Obergesenk M11 (Variante 3) an den Messstellen 3 und 6 nach einer Standmenge von 109 %*

*Abbildung 101* zeigt das Werkzeug M15 nach einer Standmenge von 115 %. Es zeigt sich ein ähnliches Bild wie bei den bereits betrachteten Werkzeugen: An der Stelle 6 am Außenradius ist keine Nitrierschicht mehr vorhanden, es sind Warmrisse gebildet worden und die Härte im Randbereich ist unter die Kernhärte gefallen (vgl. *Abbildung 102*). Am Übergang von der Krümmung zum flachen Bereich, wo noch Reste der Ausscheidungsschicht zu sehen sind, sind wieder weiße Gefügebereiche zu beobachten. Am Innenradius ist die Ausscheidungsschicht noch vorhanden, aber auch von Warmrisen durchzogen. Stellenweise sind auch größere Ausbrüche zu beobachten. Die Verbindungsschicht ist nicht mehr zu erkennen. Die Randhärte in diesem Bereich ist vergleichbar mit der Härte nach dem Nitrieren (vgl. *Abbildung 80*). Am Ende des Innenradius hat eine tiefe Auswaschung stattgefunden. Der Materialabtrag ist hier deutlich größer als die Nitrierhärte, d. h. die Nitrierschicht wurde hier vollständig abgetragen. Im flachen Bereich im Anschluss an die Auswaschung wurde die Randschicht durch die hohen Temperaturen beim Schmieden angelassen und hat dadurch im Randbereich eine geringere Härte als nach dem Nitrieren (vgl. *Abbildung 102*).

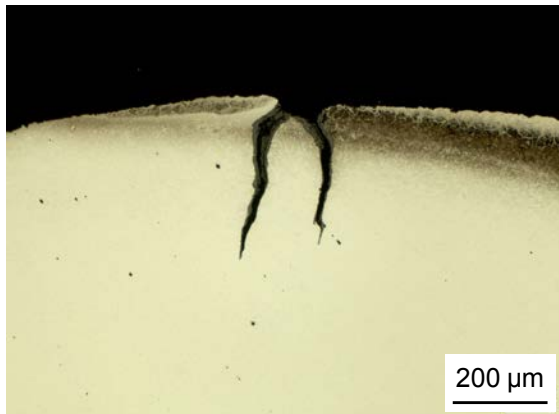
Übersicht



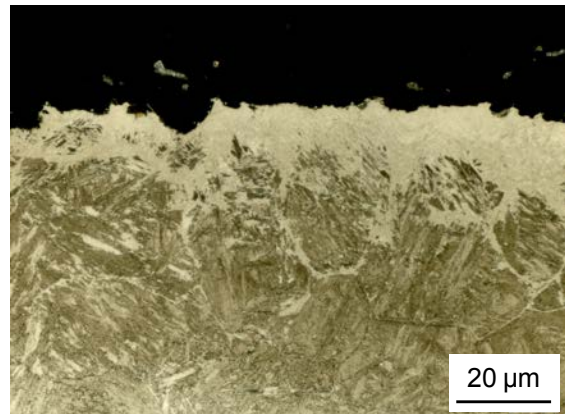
Stelle 6 Außenradius



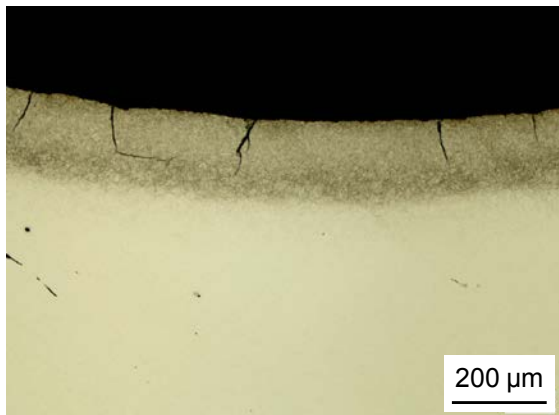
Stelle 6 Außenradius



Stelle 6 Außenradius



Stelle 3 Innenradius



Stelle 3 Innenradius

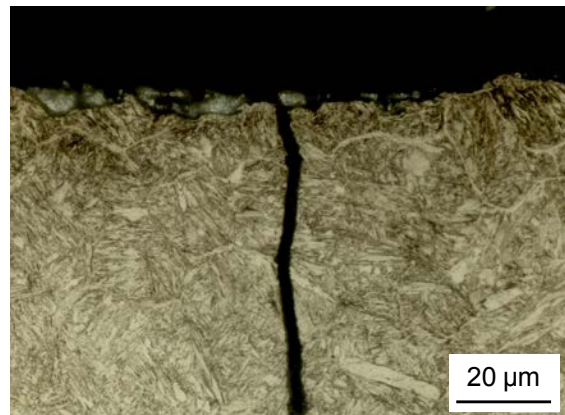


Abbildung 101: Obergesenk M15 (Variante 4) an den Messstellen 3 und 6 nach einer Standmenge von 115 %

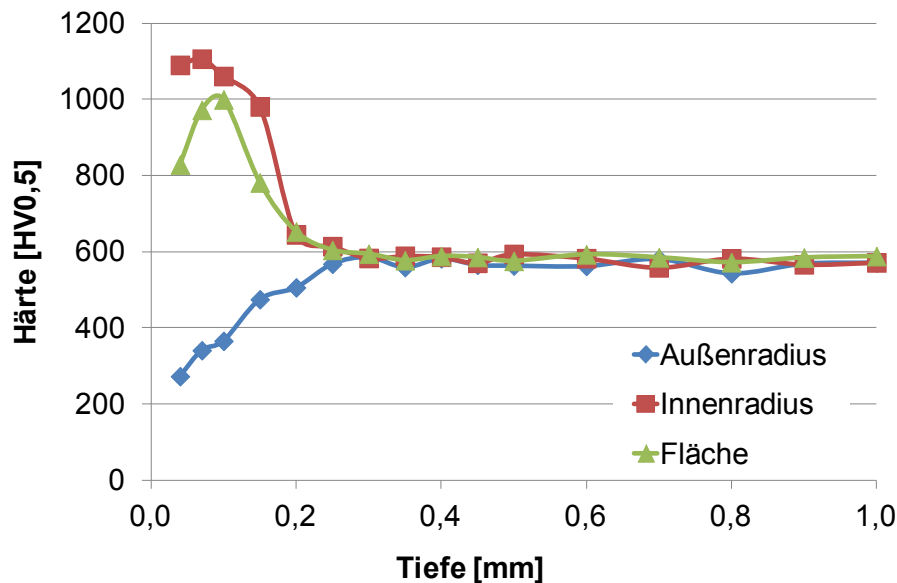
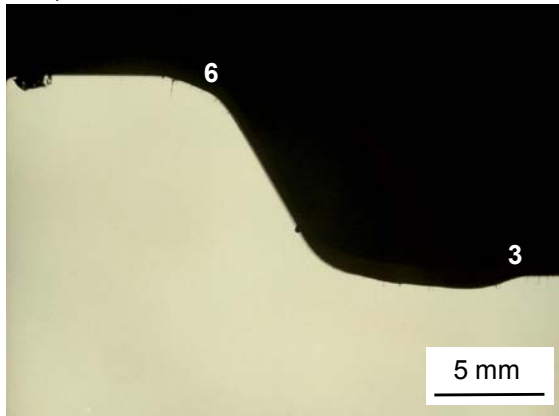


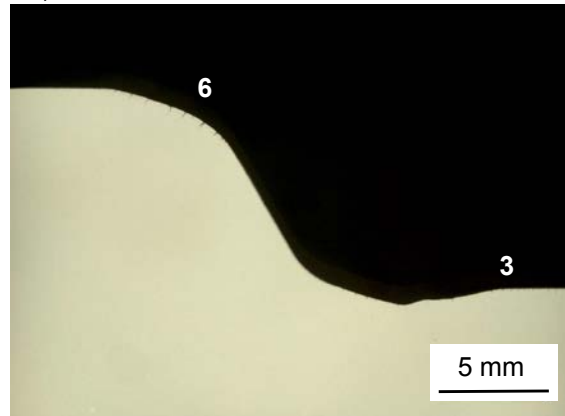
Abbildung 102: Härteverläufe am Obergesenk M15 (Variante 4) an den Messstellen 3 und 6 nach einer Standmenge von 115 %

Zwei Seriengesenke mit unterschiedlichen Standmengen sind in *Abbildung 103* dargestellt. An der Stelle 6 im Bereich des Außenradius ist sowohl nach einer Standmenge von 79 % als auch nach einer Standmenge von 157 % keine Nitrierschicht mehr vorhanden. Es ist zu erkennen, dass der Materialabtrag nach der höheren Standmenge größer ist, da die Rundung stärker abgeflacht ist. Die Randhärte ist im Bereich der Krümmung unter die Kernhärte abgefallen, der Härteabfall ist bei dem länger eingesetzten Werkzeug größer und steiler als bei dem kürzer eingesetzten (vgl. *Abbildung 104*). Am Innenradius ist die Ausscheidungsschicht noch weitestgehend vorhanden, die Verbindungsschicht fehlt. Der dunkel angeätzte Bereich ist bei beiden Werkzeugen etwa gleich tief, obwohl mit dem Werkzeug L3 fast die doppelte Menge an Umformungen gemacht wurde. Die Randhärte liegt im Bereich der Härte nach dem Nitrieren (vgl. *Abbildung 87*), d. h. die Temperatureinwirkung ist am Innenradius nicht hoch genug, um die Nitrierschicht anzulassen. Die Auswaschung im Anschluss an den Innenradius ist bei den beiden Werkzeugen trotz unterschiedlicher Standmenge ähnlich tief. Im flachen Bereich am Ende der Auswaschung ist die Temperatureinwirkung höher als am Außenradius, da die Nitrierschicht angelassen wurde (vgl. *Abbildung 104*). In allen untersuchten Bereichen verlaufen bei beiden Werkzeugen tiefe Warmrisse senkrecht zur Oberfläche.

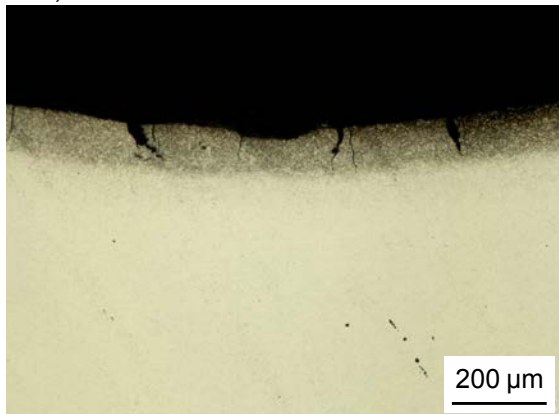
L10, Übersicht



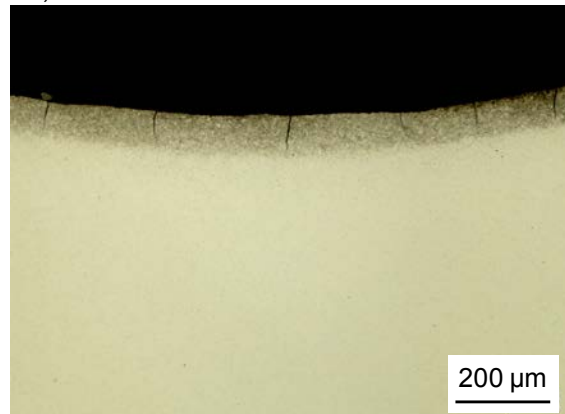
L3, Übersicht



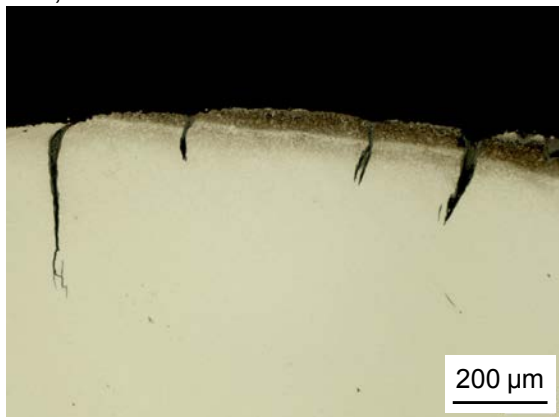
L10, Stelle 3 Innenradius



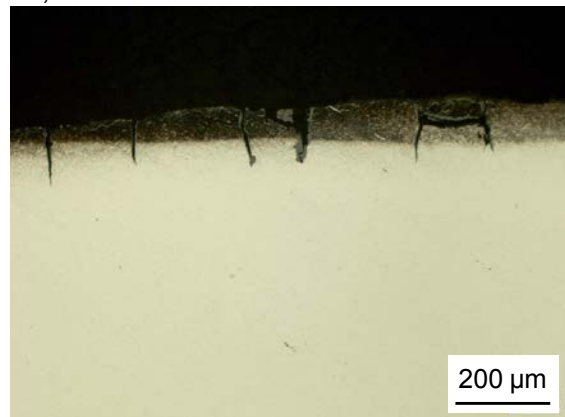
L3, Stelle 3 Innenradius



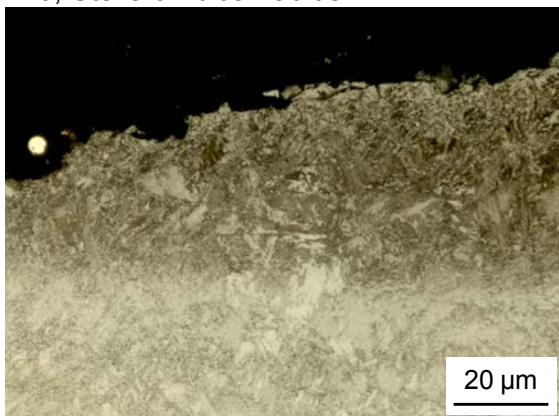
L10, Stelle 6 Außenradius



L3, Stelle 6 Außenradius



L10, Stelle 6 Außenradius



L3, Stelle 6 Außenradius

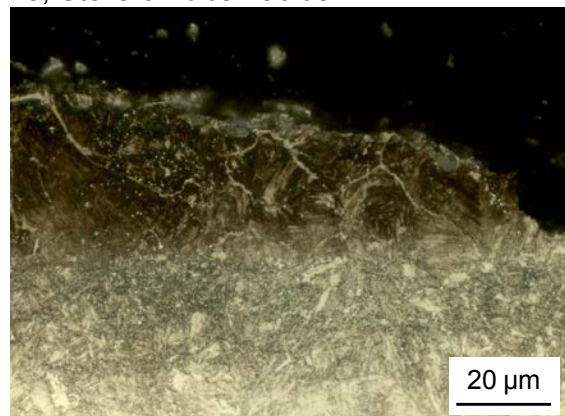


Abbildung 103: Obergesenke L10 und L3 (Serie) an den Messstellen 3 und 6 nach Standmengen von 79 % und 157 %

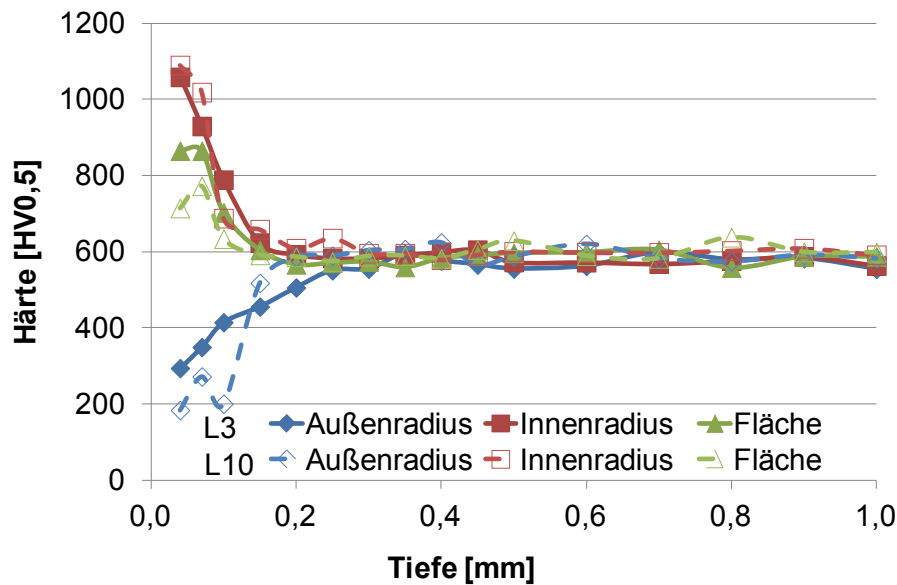


Abbildung 104: Härteverläufe an den Obergesenken L10 und L3 (Serie) an den Messstellen 3 und 6 nach Standmengen von 79 % und 157 %

#### 5.4.4.2. Untergesenke

Durch einen Fehler in der Produktion stand bei den Untergesenken ein Werkzeug mit einer geringen Zahl an Umformungen für die metallografische Analyse zur Verfügung. An diesem sind bereits nach 1 % der durchschnittlichen Standmenge in den stark abrasiv beanspruchten Bereichen 1 und 6 Schädigungen zu erkennen (vgl. *Abbildung 105* und *Abbildung 106*). Der helle oberflächennahe Bereich deutet auf eine starke plastische Deformation infolge hoher thermischer und mechanischer Beanspruchung beim Schmieden hin. Auch tiefe Warmrisse, die rein mechanisch bedingt beim Überschreiten der Warmzugfestigkeit des Werkzeugwerkstoffes am Ende der Druckberührung entstehen, sind bereits nach dieser vergleichsweise geringen Zahl an Umformungen zu beobachten.



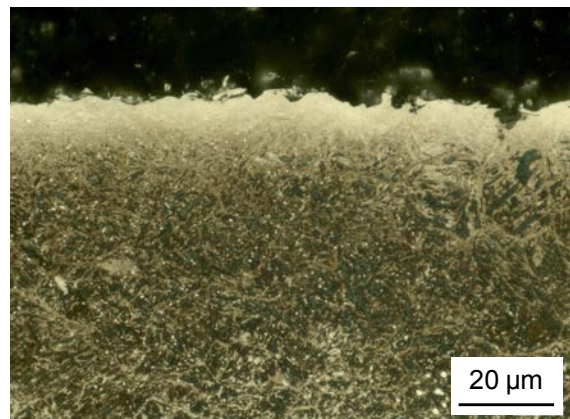
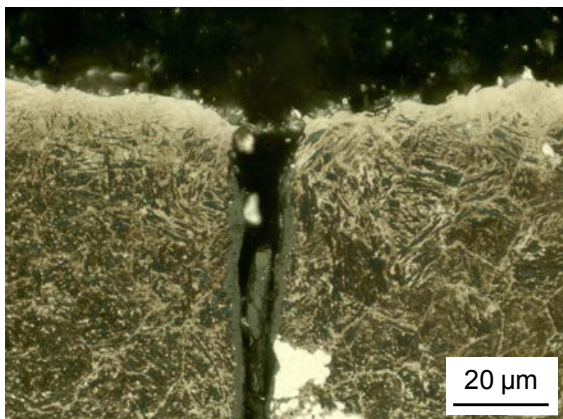
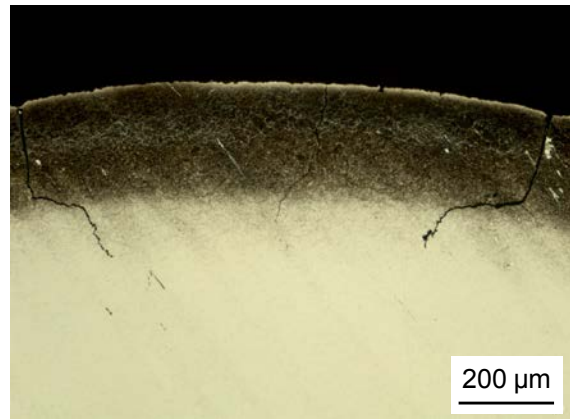
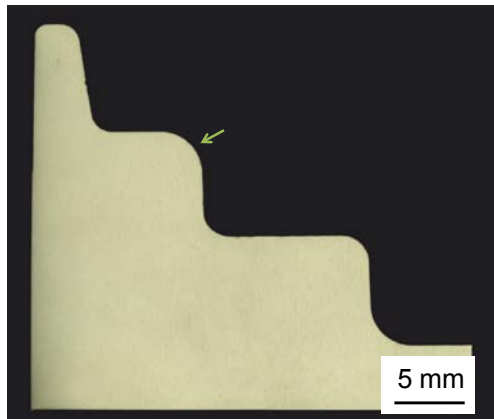


Abbildung 105: Untergesenk (Variante 1) an der Messstelle 1 nach 1 % der durchschnittlichen Standmenge

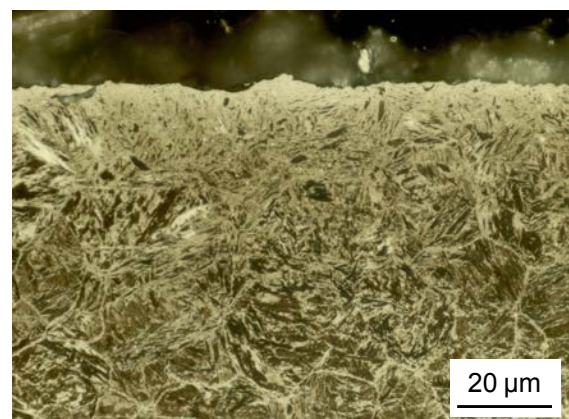
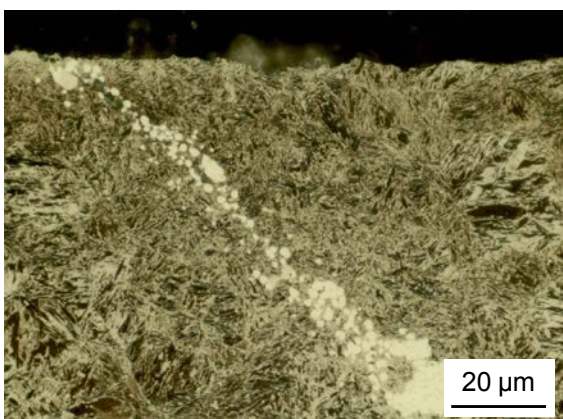
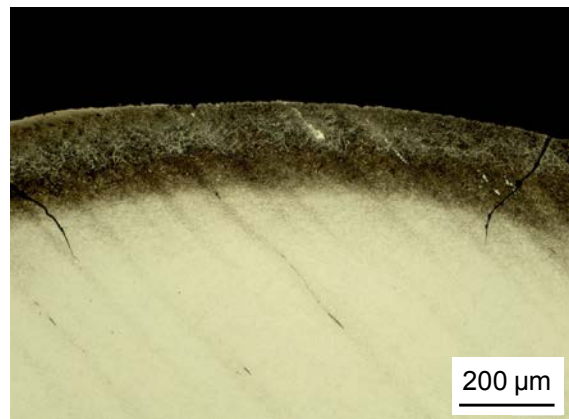
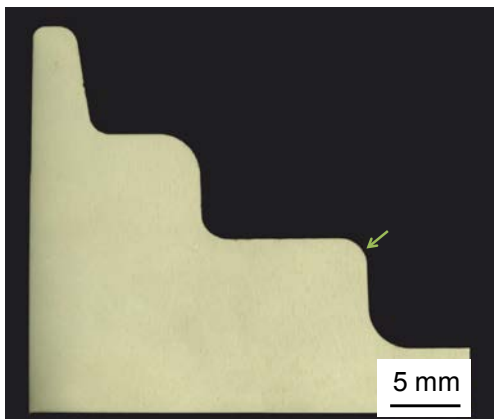


Abbildung 106: Untergesenk (Variante 1) an der Messstelle 6 nach 1 % der durchschnittlichen Standmenge

Abbildung 107 zeigt die Härteverläufe an den stark abrasiv beanspruchten Stellen 1, 5 und 6 des nach Variante 1 nitrierten Untergesenks nach 1 % der durchschnittlichen Standmenge. Die Härte ist im Randbereich deutlich unter die Ausgangshärte nach dem Nitrieren gesunken. Zu Beginn des Härteverlaufes (Abbildung 107), in 40 µm Tiefe, liegt die Härte an allen drei abrasiv beanspruchten Stellen bei etwa 750 HV0,5. Als Anlassstemperatur ergibt sich demnach bei 1 % der durchschnittlichen Standmenge eine Temperatur von etwa 770 °C.

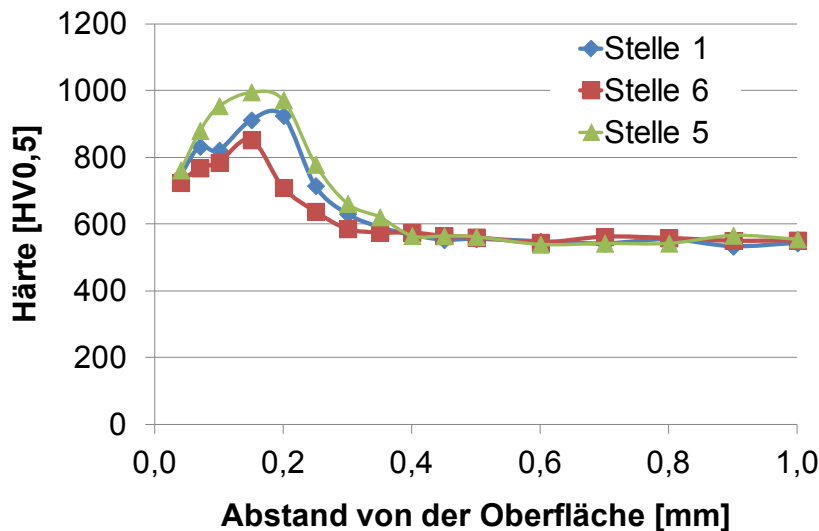
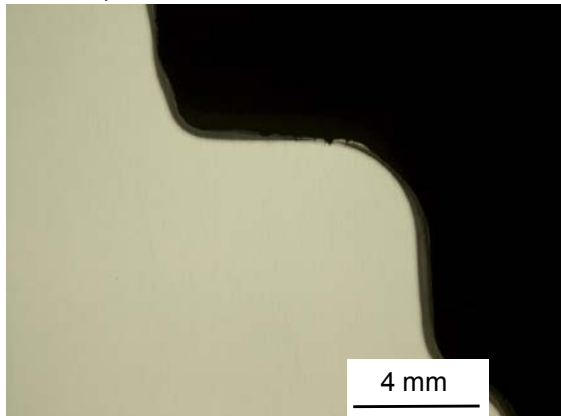


Abbildung 107:  
Härteverläufe an den  
abrasiv beanspruchten  
Messstellen 1, 5 und 6  
nach 1 % der  
durchschnittlichen  
Standmenge mit einem  
nach Variante 1 nitrierten  
Untergesenk

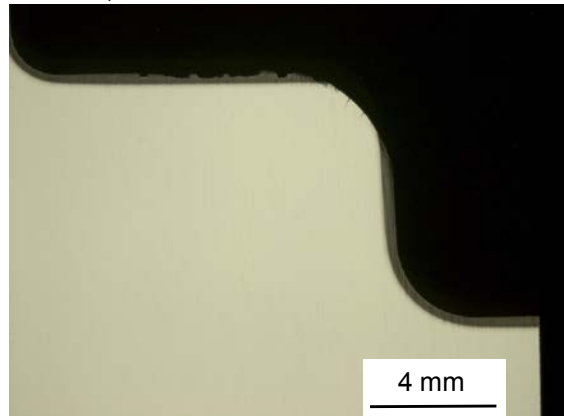
Abbildung 108 zeigt das Untergesenk W12, das bereits nach 70 % des Jahresdurchschnitts aufgrund von Verschleiß ausgefallen ist. An der Stelle 1 am oberen Außenradius ist die Nitrierschicht im Bereich der Krümmung zwar noch vorhanden, es sind aber deutliche Risse, Ausbrüche und weiße Bereiche zu erkennen, was darauf hindeutet, dass die thermische und mechanische Belastung beim Schmieden an dieser Stelle hoch ist. In Abbildung 109 sind die Härteverläufe an unterschiedlichen Stellen in der Gravur und zum Vergleich ein außerhalb der Gravur gemessener Verlauf aufgetragen. Das Härteprofil bestätigt die bisherigen Beobachtungen: Es ist noch eine durch das Nitrieren erhöhte Härte im Randbereich vorhanden, durch die Temperatureinwirkung ist diese jedoch niedriger als direkt nach dem Nitrieren. Am unteren Außenradius an der Stelle 6 ist die Nitrierschicht im Bereich der Krümmung nach einer Standmenge von 70 % vollständig abgetragen und die Randhärte ist unter die Kernhärte abgefallen. Am unteren Außenradius scheint die Belastung daher größer zu sein, was auch durch den an der Stelle 5 gemessene Härteverlauf unterstrichen wird. In den flachen Gravurbereichen oberhalb der Radien, insbesondere oberhalb der Stelle 6, ist eine Vielzahl von Ausbrüchen zu beobachten. Unterhalb der beiden Radien ist die Nitrierschicht noch weitestgehend vorhanden. Vereinzelt treten in diesen Bereichen Warmrisse auf und unterhalb des unteren Außenradius auch größere Ausbrüche. Der Härteverlauf unterhalb der Stelle 1 zeigt, dass die Nitrierhärtetiefe hier noch vorhanden ist. Lediglich die Höhe der Randhärte ist durch wiederholtes Anlassen während der Schmiedezyklen geringer.



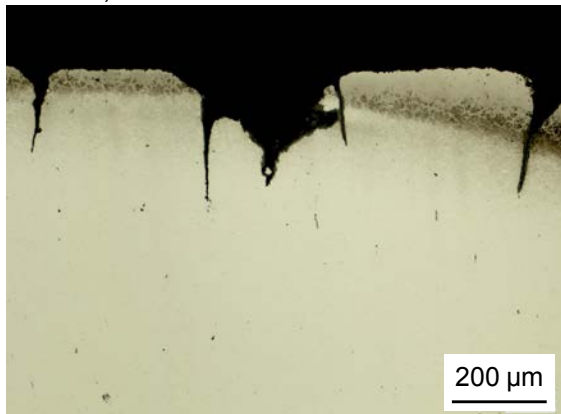
Stelle 1, Übersicht



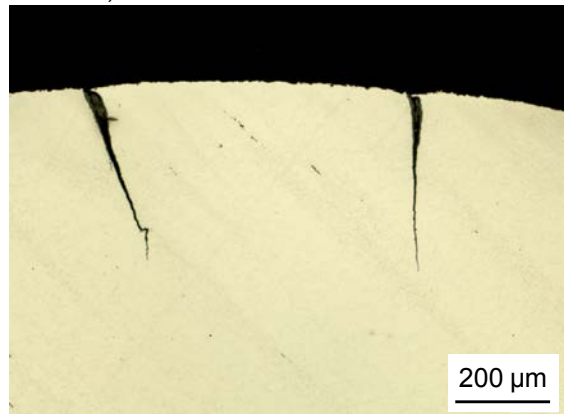
Stelle 6, Übersicht



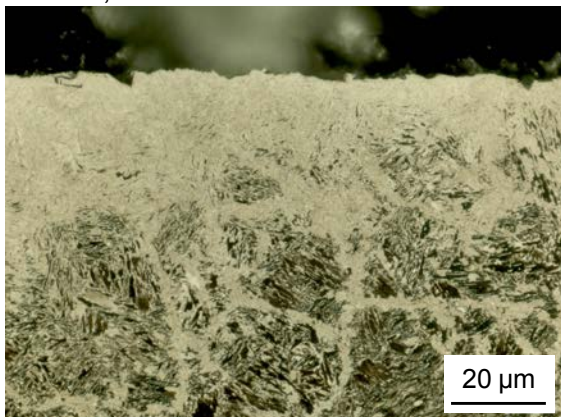
Stelle 1, Außenradius



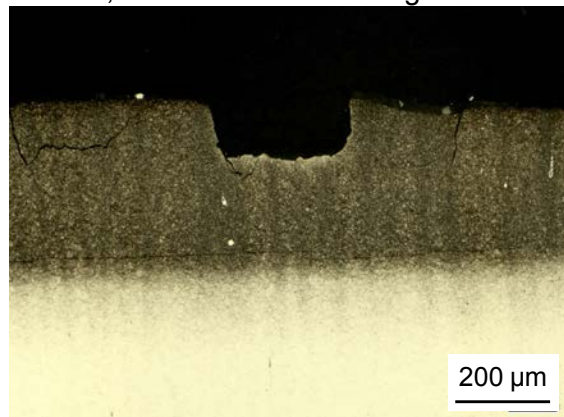
Stelle 6, Außenradius



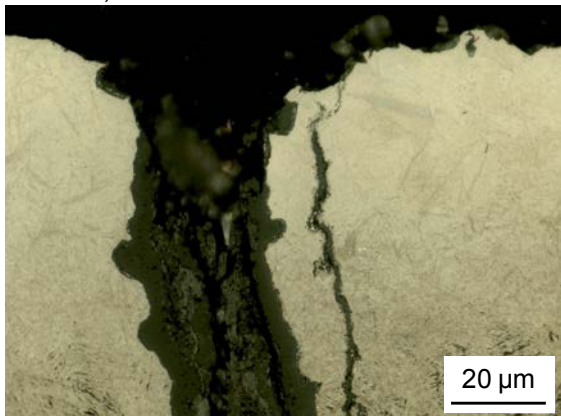
Stelle 1, Außenradius



Stelle 6, Oberhalb der Rundung



Stelle 1, Außenradius



Stelle 6, Kurz unterhalb der Rundung

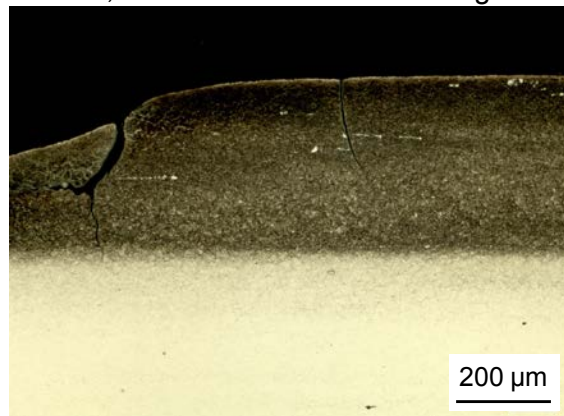


Abbildung 108: Untergesenk W12 (Variante 3) an den Messstellen 1 und 6 nach einer Standmenge von 70 %

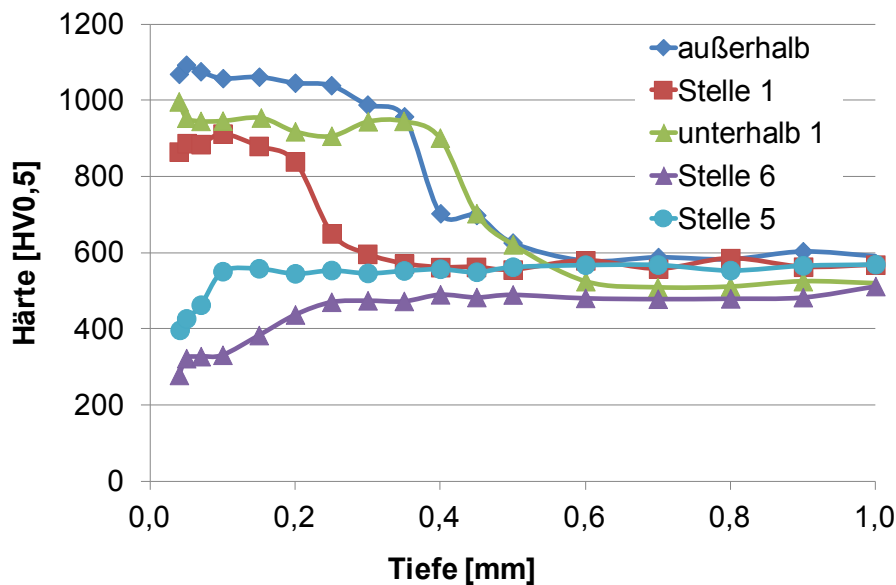
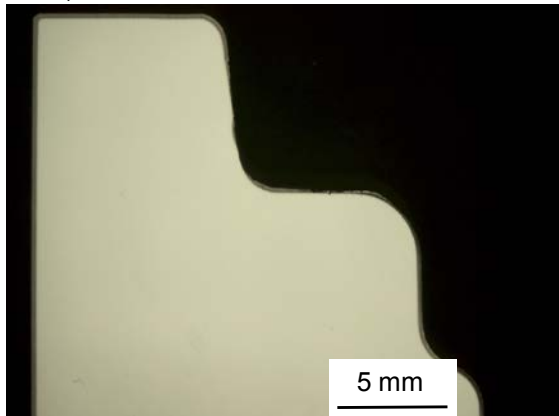


Abbildung 109: Härteverläufe am Untergesenk W12 (Variante 3) an den Messstellen 1, 5 und 6 nach einer Standmenge von 70 %

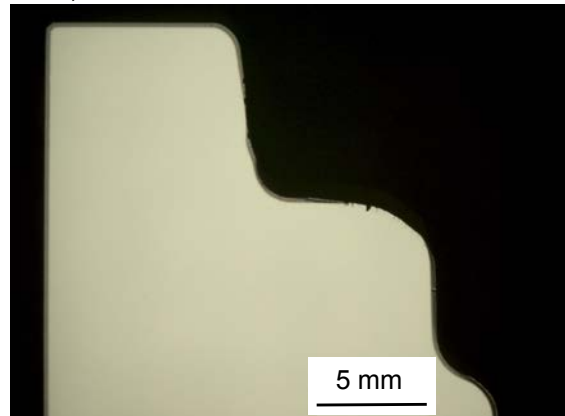
Die Untergesenke W17 und W16 mit unterschiedlichen Standmengen zeigen die *Abbildung 110* und die *Abbildung 111* im Vergleich. Nach einer Standmenge von 56 % ist die Nitrierschicht am oberen Außenradius an der Stelle 1 noch teilweise vorhanden, während nach mehr als der doppelten Standmenge (135 %) die Nitrierschicht vollständig abgetragen ist. Bei dem Werkzeug mit der geringeren Standmenge ist noch eine Resthärte vom Nitrieren im Randbereich gemessen worden (vgl. *Abbildung 112*). Das Werkzeug mit der höheren Standmenge hat an der Stelle 1 im Randbereich deutlich an Härte verloren, die Randhärte liegt hier unter der Kernhärte. An den Übergängen von der Krümmung des Außenradius zu den flachen Gravurbereichen sind im Bereich der Nitrierschicht bei beiden Werkzeugen helle Gefügebereiche zu beobachten. In dem geraden Bereich unterhalb des oberen Radius ist die Nitrierhärte noch vorhanden. Der dunkel anätzende Bereich ist bei den Werkzeugen trotz unterschiedlicher Standmenge von einer vergleichbaren Tiefe, was auch den Härteprofilen zu entnehmen ist. Lediglich die Höhe der Randhärte unterscheidet sich bei den beiden Werkzeugen: Das Werkzeug W16 war durch die größere Anzahl von Umformvorgängen insgesamt einer höheren Anlassedauer ausgesetzt, daher ist die Randhärte geringer als bei dem Werkzeug W17. Aber auch das kürzer eingesetzte Werkzeug hat im Vergleich zum nitrierten Zustand an Härte eingebüßt (vgl. *Abbildung 80*). Die Schädigungen unterhalb der Stelle 1 unterscheiden sich ebenfalls: Während bei dem Werkzeug mit der geringeren Standmenge nur kleinere Warmrisse auftreten, sind bei dem länger eingesetzten Werkzeug tiefere Ausbrüche zu beobachten.

An der Stelle 6 am unteren Außenradius ist an beiden Werkzeugen keine Nitrierschicht mehr vorhanden (vgl. *Abbildung 111*). Der Radius ist nach der höheren Standmenge stärker abgeflacht, was bedeutet, dass der Materialabtrag höher ist. Da die anlassbeständigere Nitrierschicht nicht mehr vorhanden ist, ist bei beiden Werkzeugen die Randhärte an der Stelle 6 unter die Kernhärte abgefallen (vgl. *Abbildung 112*). In dem flachen Gravurbereich oberhalb des unteren Außenradius ist eine Vielzahl von Ausbrüchen zu beobachten. Unterhalb des Radius ist die Nitrierschicht noch weitestgehend vorhanden. Vereinzelt treten in diesen Bereichen Warmrisse auf und auch größere Ausbrüche.

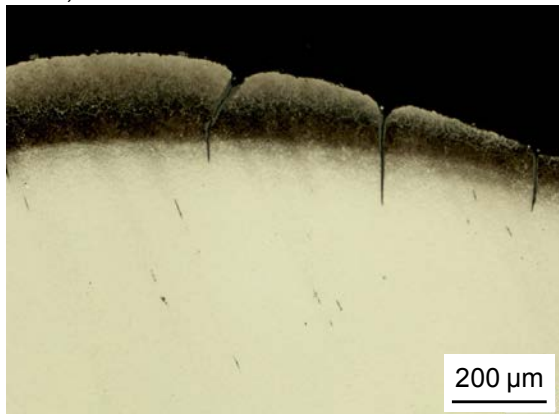
W17, Übersicht Stelle 1



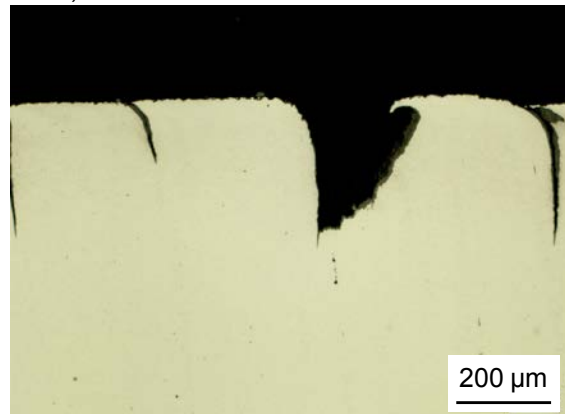
W16, Übersicht Stelle 1



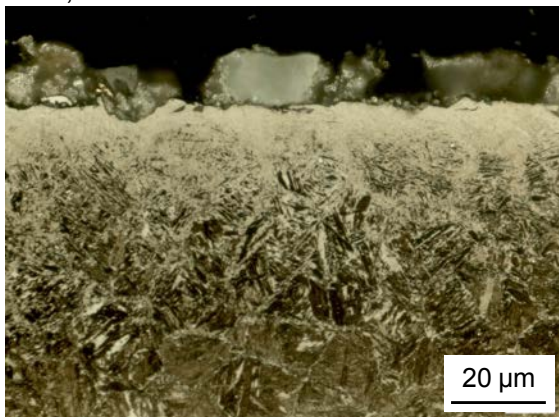
W17, Außenradius



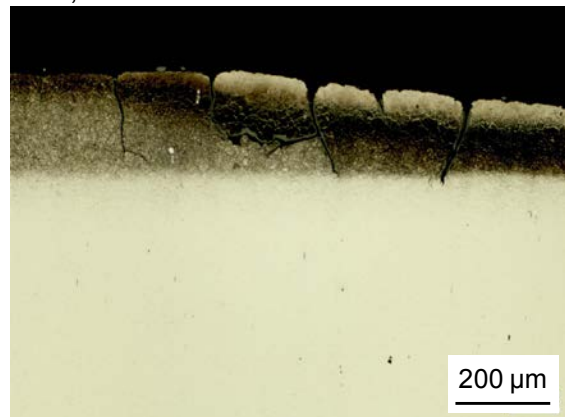
W16, Außenradius



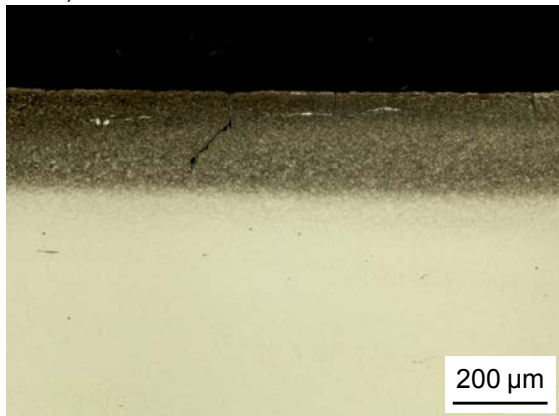
W17, Außenradius



W16, Oberhalb des Radius



W17, Unterhalb des Radius



W16, Unterhalb des Radius

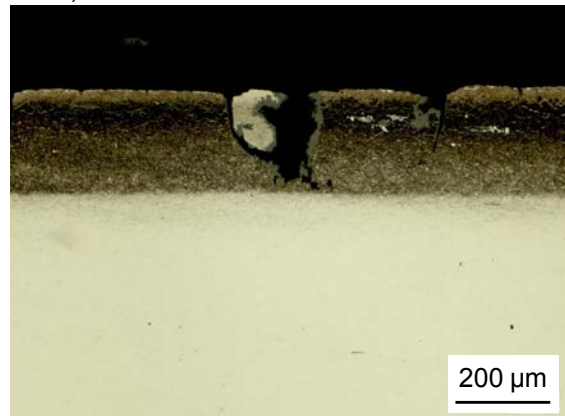
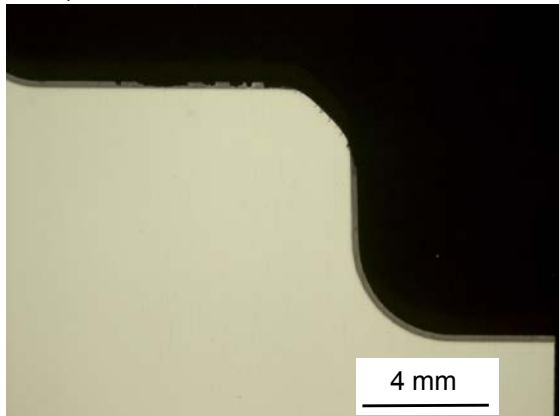
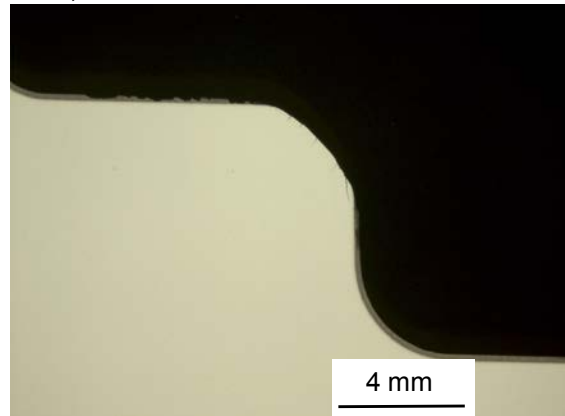


Abbildung 110: Untergesenke W17 und W16 (Variante 4) an der Messstelle 1 nach Standmengen von 56 % und 135 %

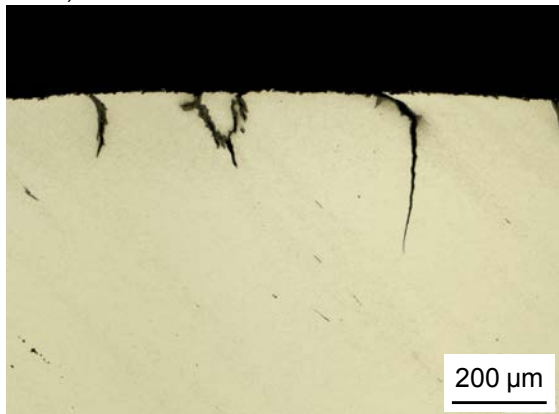
W17, Übersicht Stelle 6



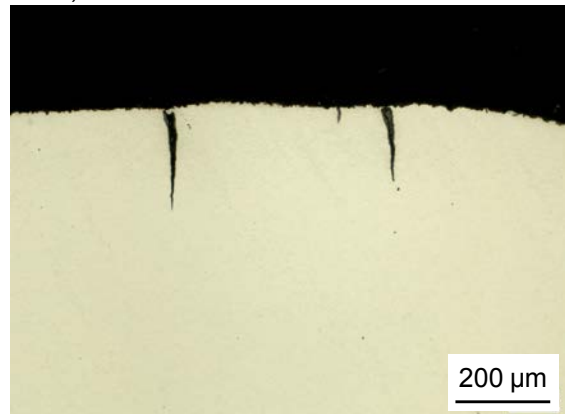
W16, Übersicht Stelle 6



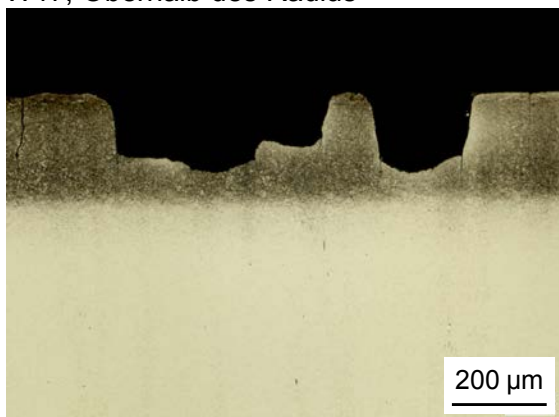
W17, Außenradius



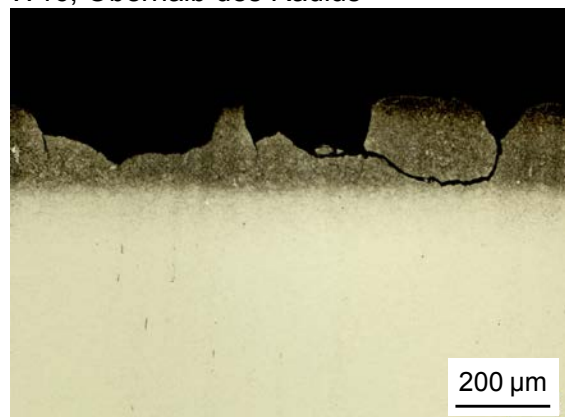
W16, Außenradius



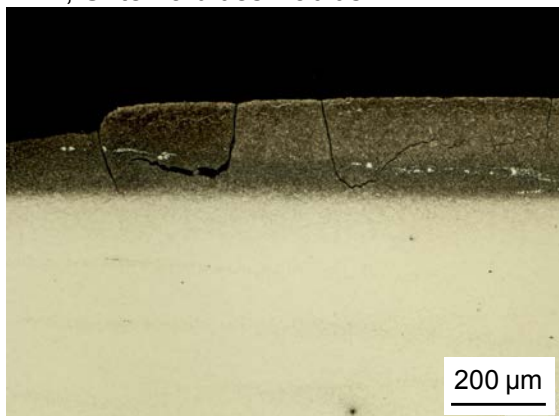
W17, Oberhalb des Radius



W16, Oberhalb des Radius



W17, Unterhalb des Radius



W16, Kurz unterhalb des Radius

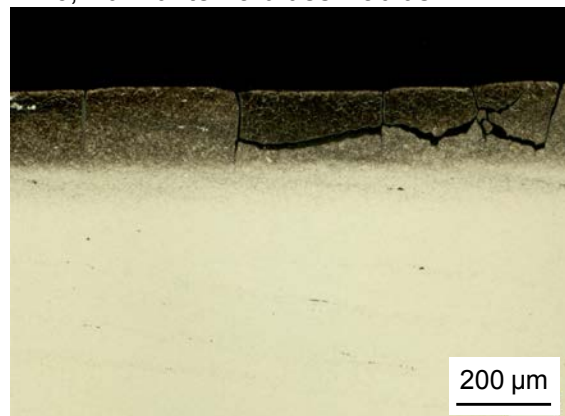


Abbildung 111: Untergesenke W17 und W16 (Variante 4) an der Messstelle 6 nach Standmengen von 56 % und 135 %



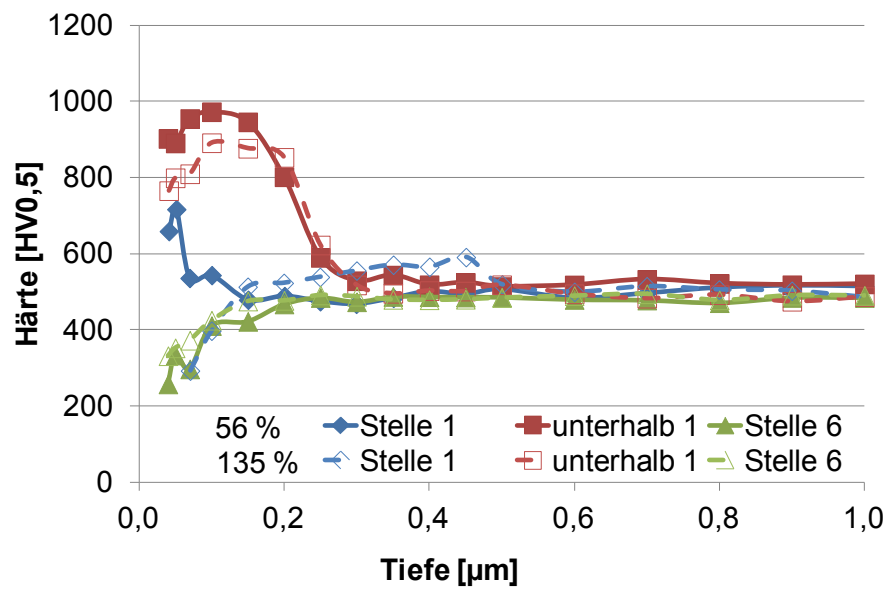


Abbildung 112: Härteverläufe der Untergesenke W17 und W16 (Variante 4) an den Messstellen 1 und 6 nach Standmengen von 56 % und 135 %

## 6. Diskussion der Versuchsergebnisse

### 6.1. Nitrierbehandlung

Mit Hilfe der unterschiedlichen Nitrierverfahren Gas- und Plasmanitrieren und -nitrocarburieren konnten Nitrierschichten mit unterschiedlichen Härteprofilen und Verbindungsschichten am Untersuchungswerkstoff X38CrMoV5-3 erzeugt werden. Dabei wurden Nitrierschichten bestehend aus Ausscheidungs- und Verbindungsschicht sowie reine Ausscheidungsschichten erzeugt.

#### 6.1.1. Verbindungsschicht

Neben der Behandlungstemperatur, die bei den Versuchen in der Regel 520 °C betrug, ist der wesentliche Einflussfaktor auf die Zusammensetzung der Verbindungsschicht das Stickstoffangebot während des Nitrierens, also die Höhe der Nitrierkennzahl beim Gasnitrieren bzw. des Stickstoff-Wasserstoffverhältnisses beim Plasmanitrieren.

Beim Gasnitrieren entstanden durch die Variation Nitrierkennzahl eine sehr dünne porenfreie  $\gamma'$ -Verbindungsschicht und zwei dickere Verbindungsschichten mit einem Porensaum. Die Verbindungsschichtdicken lagen beim geregelten Gasnitrieren zwischen 2 und 21  $\mu\text{m}$ . Die bei einer Nitrierkennzahl von  $K_N=3$  erzeugten Verbindungsschichten hatten gemäß der GDOES-Messung im Randbereich einen höheren Stickstoffgehalt von 11-12 Masse-% und darunter ein Plateau mit einem Stickstoffgehalt von 7-7,5 Masse-%. Bei Reineisen würde diese Konzentration der Existenz von  $\epsilon$ -Nitrid entsprechen. Da es sich bei dem Untersuchungswerkstoff jedoch um einen mit Nitrid bildenden Elementen legierten Stahl handelt, wird ein Teil des Stickstoffs für die Bildung von Legierungselementnitriden benötigt, sodass hier wahrscheinlich  $\gamma'$ - und  $\epsilon$ -Nitrid gemischt vorliegen. Die Annahme der Existenz von  $\epsilon$ -(Carbo-)Nitrid wird durch den gleichzeitig vorliegenden Kohlenstoffgehalt von max. 0,4 Masse-% unterstützt, da nur diese Nitridphase die notwendige hohe Löslichkeit für Kohlenstoff hat.

Obwohl beim Plasmanitrieren mit Verbindungsschicht das Stickstoff-Wasserstoffverhältnis von  $\text{N}_2:\text{H}_2=1:3$  bis  $\text{N}_2:\text{H}_2=6:1$  variiert wurde, unterscheiden sich die gebildeten Verbindungsschichten in ihrer Dicke (5-6  $\mu\text{m}$ ) und Zusammensetzung kaum. Die Stickstoffverläufe verlaufen im Bereich der Verbindungsschicht ähnlich. In den ersten 1-2  $\mu\text{m}$  liegt der Stickstoffgehalt bei 9-10 Masse-%. Die hier gebildeten  $\epsilon$ -Nitride sind stickstoffärmer als beim Gasnitrieren mit Verbindungsschicht und auch der Kohlenstoffgehalt liegt mit ca. 0,07 Masse-% ebenfalls unter dem Wert beim Gasnitrieren (0,2 Masse-%). An den stickstoffreichen Bereich schließt sich wie beim Gasnitrieren mit Verbindungsschicht ein plateauähnlicher Bereich bei etwa 7,5 Masse-% Stickstoff an. Obwohl dieser Gehalt dem  $\epsilon$ -Nitrid entspricht, ist wie beim Gasnitrieren hier davon auszugehen, dass  $\gamma'$ - und  $\epsilon$ -Nitrid gemischt vorliegen, da ein Teil des Stickstoffs durch Nitrid bildende Legierungselemente wie Cr, Mo und V gebunden wird. Der Kohlenstoffgehalt erreicht zum Ende des Plateaus sein Maximum bei ca. 0,15 Masse-%, was ebenfalls deutlich unter dem Wert des Kohlenstoffmaximums beim Gasnitrieren (maximal 0,4 Masse-%) liegt. Der Abfall des Stickstoffgehalts am Übergang zur Ausscheidungsschicht ist umso flacher, je größer das Stickstoffangebot während der Behandlung war. Das bedeutet, dass der Übergang zur Diffusionsschicht weniger scharf abgegrenzt ist. Gleichzeitig nimmt auch die Breite des

Kohlenstoffmaximums am Übergang zwischen der Verbindungs- und der Ausscheidungsschicht zu.

Insgesamt sind die Verbindungsschichten beim Plasmanitrieren deutlich dünner als nach vergleichbaren Behandlungen im Gas. Es fällt außerdem auf, dass die Verbindungsschichtdicke durch eine längere Nitrierdauer wenig zunimmt, was vermutlich auf die Plasmabedingungen zurückzuführen ist. Durch Ionenbeschuss findet ein kontinuierlicher Materialabtrag (Sputtereffekt) der Verbindungsschicht statt, sodass es erscheint, als ob ihr Wachstum verlangsamt wird. Dieser Umstand erklärt auch, dass selbst nach der 120stündigen Behandlung die Verbindungsschicht porenfrei ist.

Durch die Zugabe eines Kohlenstoffspenders beim Nitrocarburieren konnten durch unterschiedlich gewählte Behandlungsparameter Verbindungsschichten mit unterschiedlichen Stickstoff- und Kohlenstoffgehalten erzeugt werden. Im Vergleich zu den nitrierten Randschichten waren die Verbindungsschichten nach dem Nitrocarburieren erwartungsgemäß kohlenstoffreicher.

Beim Plasmanitrocarburieren wurde mit  $\text{CH}_4$ -Anteilen von bis zu 2 % gearbeitet. Durch die zusätzliche Eindiffusion von Kohlenstoff während des Nitrocarburierens soll der Aufbau einer  $\epsilon$ -reichen Verbindungsschicht beschleunigt werden. Bei zu hohen  $\text{CH}_4$ -gehalten kann es jedoch zu einer Verringerung der Verbindungsschichtdicke durch Bildung von Zementit, der als Diffusionssperre wirkt, kommen [Gue97]. Dies könnte eine Erklärung dafür sein, dass die Verbindungsschichtdicke nach den Behandlungen mit unterschiedlichen  $\text{CH}_4$ -gehalten nahezu identisch ist. Eine andere Ursache für die ähnliche Verbindungsschichtdicke könnte der Sputtereffekt sein, der auch beim Plasmanitrieren dazu geführt hat, dass mit zunehmendem Stickstoffangebot keine dickeren Verbindungsschichten entstanden sind.

Beim Gasnitrocarburieren wurde nach der 90stündigen Behandlung am unteren Ende bzw. am Übergang der Verbindungsschicht zur Diffusionsschicht ein Kohlenstoffgehalt von max. 3,7 Masse-% gemessen. Dieser hohe Kohlenstoffgehalt deutet darauf hin, dass hier tatsächlich Zementit entstanden ist, der das Verbindungsschichtwachstum behindert hat, sodass nach der 90stündigen Behandlung eine dünnere Verbindungsschicht entstanden ist als nach der 25stündigen Behandlung.

Um eine Aussage über die Phasenzusammensetzung der Verbindungsschicht machen zu können, muss beim Nitrocarburieren die Summe aus Stickstoff und Kohlenstoff betrachtet werden. Nach beiden Gasnitrocarburierbehandlungen liegt diese in der Verbindungsschicht im Bereich des  $\epsilon$ -Carbonitrids ( $\text{Fe}_2(\text{N,C})_{1-x}$ ), das abhängig von der Behandlungstemperatur (500 bis 600 °C) 5,0 bis 3,6 Masse-% Stickstoff und 3,4 bis 4,1 Masse-% Kohlenstoff enthalten kann [Lan64], [Rag87], [Spi92]. Auch beim Plasmanitrocarburieren ist aufgrund des hohen Kohlenstoffgehalts im Bereich der Verbindungsschicht davon auszugehen, dass  $\epsilon$ -Carbonitrid ( $\text{Fe}_2(\text{N,C})_{1-x}$ )-Verbindungsschichten gebildet wurden. Wegen des hohen Legierungsgehaltes des Stahls sind zusätzlich Legierungselement-Carbonitride zu erwarten.

### 6.1.2. Diffusionsschicht

Reine Diffusionsschichten ohne darüber liegende Verbindungsschicht entstanden erwartungsgemäß beim Gasnitrieren mit einer Nitrierkennzahl im  $\alpha$ -Gebiet (vgl. *Abbildung 2*). Der Stickstoffgehalt der verbindungsschichtfreien Randschichten lag unterhalb der Grenze



zum  $\gamma'$ -Nitrid, das gemäß seiner stöchiometrischen Zusammensetzung  $\text{Fe}_4\text{N}$  einen Stickstoffanteil von 5,88 Masse-% aufweist. Da der untersuchte Warmarbeitsstahl einen hohen Gehalt an nitridbildenden Legierungselementen hat, muss bei der Wahl der Nitrierkennzahl berücksichtigt werden, dass ein Teil des eindiffundierenden Stickstoffs durch Sondernitride abgebunden wird. Auch beim Plasmanitrieren konnte durch die Wahl eines niedrigen Stickstoff-Wasserstoffverhältnisses die Bildung einer Verbindungsschicht unterdrückt werden. Aufgrund der geringeren Stickstoffverfügbarkeit läuft die Nitrierung beim verbindungsschichtfreien Nitrieren langsamer ab als beim Nitrieren mit Verbindungsschicht. Sollen höhere Nitrierhärteiefen erreicht werden, müsste die Nitrierdauer verlängert werden, was zu unwirtschaftlichen Behandlungen führen kann.

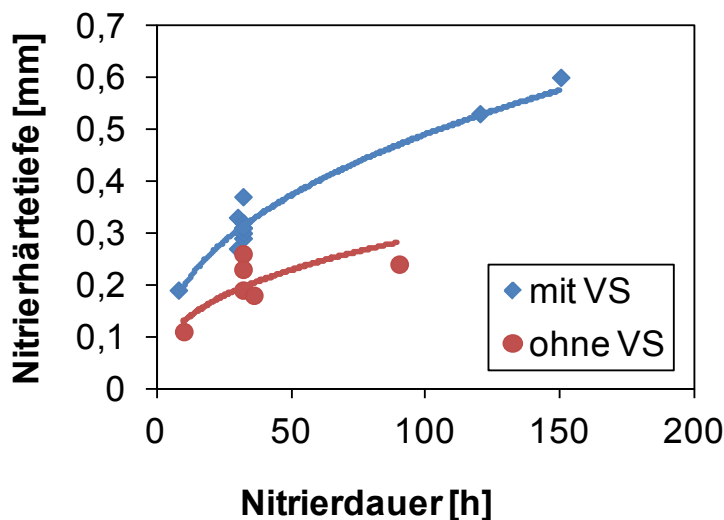
Der Kohlenstoffgehalt im Randbereich der verbindungsschichtfreien Ausscheidungsschichten nimmt - verfahrensunabhängig - durch Effusion und eine Kohlenstoffumverteilung ab. Durch die Kohlenstoffverarmung bilden bei den verbindungsschichtfreien Behandlungen im Randbereich keine Zementitausscheidungen an den Korngrenzen.

Die Diffusionsschichten unterhalb der Verbindungsschichten unterscheiden sich in ihrer Ausscheidungsstruktur deutlich von den reinen Diffusionsschichten ohne darüber liegende Verbindungsschicht, da im Gegensatz zum verbindungsschichtfreien Nitrieren beim Nitrieren mit Verbindungsschicht keine Effusion oder Verarmung des Kohlenstoffs stattfindet. Vielmehr bildet sich sowohl beim Gas- als auch beim Plasmanitrieren durch eine Umverteilung ein Kohlenstoffmaximum am unteren Ende der Verbindungsschicht. Der Kohlenstoff wird während des Nitrierens durch die Umwandlung von Chromcarbiden in Chromnitride freigesetzt und scheidet sich unter der Verbindungsschicht als Zementit entlang der Korngrenzen parallel zur Verbindungsschicht aus [Mit85]. Die Anreicherung von Kohlenstoff und die Ausbildung von Korngrenzenzementit wird nach [Spi93] vor allem durch die Nitrierung im  $\varepsilon$ -Gebiet begünstigt, da die Diffusionsgeschwindigkeit des Kohlenstoffs in der  $\varepsilon$ - $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ -Phase geringer ist und somit eine wirksame Entkohlung der Randschicht verhindert wird. Zusätzlich wird die Ausscheidung von Zementit mit steigender Temperatur und zunehmendem Chromgehalt begünstigt [Spi93]. Die in der vorliegenden Arbeit beobachteten Zementitausscheidungen unterhalb der Verbindungsschicht werden mit zunehmendem Stickstoffangebot und zunehmender Nitrierdauer breiter und länger und rücken dichter an die Oberfläche, da die Dauer der anfänglichen Abkohlung mit steigender Nitrierkennzahl abnimmt.

Verschiedene Quellen ([Lin96], [Sch86], [Spi93], [Tru95]) weisen darauf hin, dass sich die Zementitausscheidungen an den Korngrenzen negativ auf das Gebrauchsverhalten auswirken, da diese als innere Kerben ein Werkstoffversagen begünstigen können. Auf der anderen Seite bewirken diese Ausscheidungen eine höhere Festigkeit in der Diffusionsschicht, was sich unter Umständen auch positiv auf das Einsatzverhalten auswirken könnte.

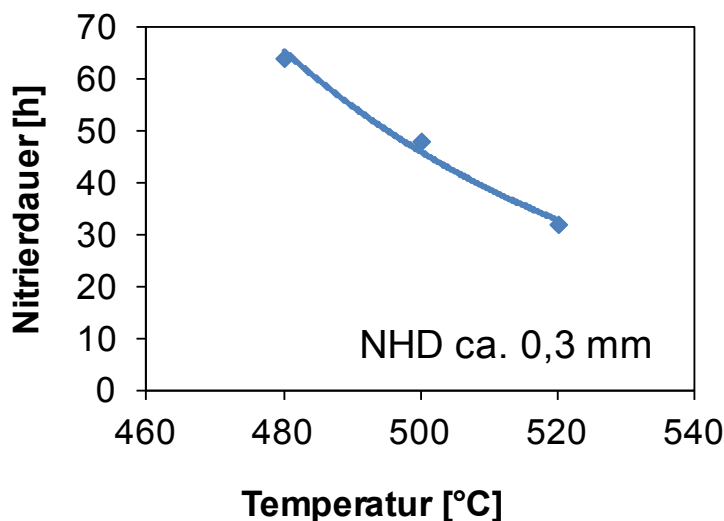
Die Nitrierhärteiefe wird im Wesentlichen durch die Behandlungsparameter Temperatur und Dauer bestimmt, da diese beiden Parameter einen großen Einfluss auf die Diffusionsgeschwindigkeit des Stickstoffs im Werkstoff haben. Mit zunehmender Nitriertemperatur und -dauer nimmt die Nitrierhärteiefe zu. Dabei ist jedoch zu berücksichtigen, dass bei langen Nitrierdauern sowohl im Bereich der Ausscheidungsschicht als auch im Kern durch eine Vergröberung des Gefüges (infolge des Langzeitanlassens) stattfindet und die Härte dadurch geringer ist als bei kürzeren Behandlungen. Aus der

Auftragung der am Werkstoff X38CrMoV5-3 erreichten Nitrierhärte­tie­fen gegen die Nitrierdauer (*Abbildung 113*) ist die Zunahme der Nitrierhärte­tie­fe nach dem Wurzel-Zeit-Gesetz zu erkennen. In dieser Auf­tra­gung wurde zwischen den Behandlungen mit Verbindungsschicht und ohne Verbindungsschicht unterschieden. Die bereits diskutierte langsamere Nitrierung bei nicht ausreichendem Stickstoffangebot ist klar zu sehen.



*Abbildung 113: Am Werkstoff X38CrMoV5-3 erreichte Nitrierhärte­tie­fe in Ab­hän­gig­keit von der Nitrierdauer*

Die Ab­hän­gig­keit von der Behandlungstemperatur wird in *Abbildung 114* deutlich. Hier ist die benötigte Nitrierdauer zum Erreichen einer Nitrierhärte­tie­fe von ca. 0,3 mm am Werkstoff X38CrMoV5-3 in Ab­hän­gig­keit von der Behandlungstemperatur aufgetragen. Mit zunehmender Nitriertemperatur nimmt die benötigte Nitrierdauer ab, da die Diffusion bei höheren Temperaturen schneller abläuft.



*Abbildung 114: Benötigte Nitrierdauer zum Erreichen einer Nitrierhärte­tie­fe von ca. 0,3 mm am Werkstoff X38CrMoV5-3 in Ab­hän­gig­keit von der Behandlungstemperatur*

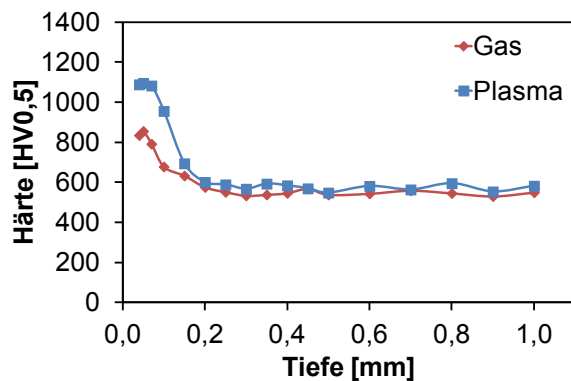
Um einen Einfluss des Nitriermediums festzustellen, werden in *Abbildung 115* die Härteverläufe nach dem Gas- und Plasmanitrieren mit ähnlichen Behandlungsparametern verglichen. Beim Nitrieren ohne Verbindungsschicht wurde durch das Gasnitrieren trotz etwas längerer Haltedauer eine geringere Nitrierhärte­tie­fe als durch die Behandlung im Plasma erreicht. Dieser Unterschied ist auf eine schlechtere Aktivierung der Oberfläche im Gas zurückzuführen. Beim Plasmanitrieren kann eine evtl. vorhandene Passivierung durch die Sputterbehandlung entfernt werden. Beim Nitrieren mit Verbindungsschicht führen die Behandlungen im Gas und im Plasma zu ähnlichen Härte­tie­fenverläufen. Der Sputtereffekt

beim Plasmanitrieren wirkt sich nicht merklich auf die Nitrierhärte tiefe aus. Es kann festgestellt werden, dass, sofern eine ausreichende Aktivierung der Oberfläche garantiert ist und vergleichbare Behandlungsparameter (Temperatur, Dauer, Stickstoffangebot) gewählt werden, das Behandlungsmedium keinen Einfluss auf den Härteverlauf bzw. die Nitrierhärte tiefe hat.

#### a) ohne Verbindungsschicht

Gas: 520 °C 36 h  $K_N=0,5$

Plasma: 520 °C 32 h  $N_2:H_2$  1:8



#### b) mit Verbindungsschicht

Gas: 520 °C 30 h  $K_N=3$

Plasma: 520 °C 32 h  $N_2:H_2$  6:1

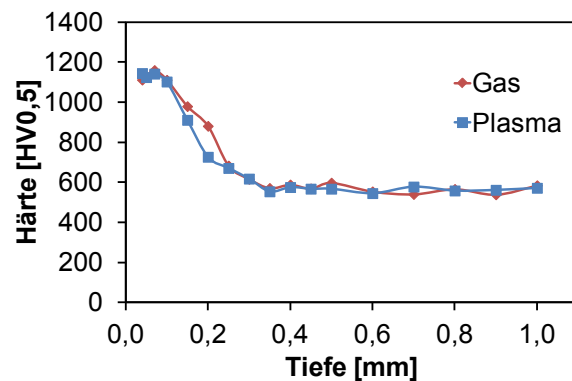


Abbildung 115: Härteverläufe nach dem Gas- und Plasmanitrieren des Werkstoffs X38CrMoV5-3

### 6.1.3. Verfahrensvarianten und -kombinationen

Neben dem herkömmlichen Nitrieren und Nitrocarburieren im Gas und im Plasma wurden auch die Verfahrensvarianten Niederdrucknitrieren und Plasmanitrieren mit dem Aktivgitter sowie Mehrstufenbehandlungen und Verfahrenskombinationen untersucht, um die verfahrensbedingten Vor- und Nachteile beim Nitrieren von Schmiedegesenken zu ermitteln und ggfs. zu nutzen.

Beim Niederdruckgasnitrieren konnten durch die Prozessparameter Druck, Verdünnung mit  $N_2$  und Begasungsmenge unterschiedliche Nitrierschichten erzeugt werden. Das Nitrierpotential der Atmosphäre kann durch eine Verdünnung des Prozessgases  $NH_3$  mit  $N_2$  geregelt werden. Mit zunehmender Verdünnung durch  $N_2$  nimmt die Nitrierwirkung der Behandlungsatmosphäre ab. Bei gleicher Begasungsmenge entstanden im Niederdruck (400 mbar) vergleichbare Härtetiefen und Verbindungsschichtdicken wie beim atmosphärischen Gasnitrieren.

Das Plasmanitrieren mit dem Aktivgitter sollte eine bessere Chargengleichmäßigkeit und eine bessere Nitrierung von Engstellen ermöglichen. Grundsätzlich führte ASPN zu vergleichbaren Härteprofilen, Nitrierhärte tiefen und Verbindungsschichten wie das herkömmliche Plasmanitrieren. In Bezug auf die Nitrierung von engen Bohrungen ( $\varnothing$  1 mm und  $\varnothing$  3 mm) konnten mit ASPN bessere Ergebnisse erzielt werden als mit dem herkömmlichen Plasmanitrieren. Durch eine Bias-Aktivierung der Probe konnten Abschattungseffekte, die verhindern, dass die aktiven Teilchen tiefer in die Bohrung gelangen, verringert und eine tiefere Nitrierung der Bohrungen erzielt werden. Die aktiven Teilchen werden durch die zusätzlich an der Probe angelegte Bias-Spannung vom Gitter zur Probe gelenkt. Eine vollständige Nitrierung der Bohrungen war jedoch nur durch Gasnitrieren

möglich. Beim herkömmlichen Plasmanitrieren könnte ein besseres Eindringen des Glimmsaumes in die Bohrung und damit eine tiefere Nitrierung durch eine Erhöhung des Prozessdruckes erzielt werden, da der Kathodenfall umgekehrt proportional zum Prozessdruck ist [Wil82].

Beim Mehrstufennitrieren wurden unterschiedliche Temperaturen und Nitrierkennzahlen innerhalb eines Prozesses verwendet. In einem zweistufigen Prozess sollten die Zementitausscheidungen an den Korngrenzen unterhalb der Verbindungsschicht reduziert werden. Dazu wurde zunächst die Randschicht bei einer niedrigen Nitrierkennzahl entkohlt. Da entkohlte Nitrierschichten ohne Verbindungsschicht eine geringere Oberflächenhärte aufweisen, wurde anschließend bei hoher Nitrierkennzahl nitriert um eine dicke Verbindungsschicht zu erzeugen und die Diffusionsschicht mit Stickstoff zu sättigen. Durch die gewählte Prozessführung konnten das Kohlenstoffmaximum unterhalb der Verbindungsschicht und die Korngrenzenzementitausscheidungen gegenüber einer einstufigen Behandlung deutlich reduziert werden.

Da beim reinen Gas- und Plasmanitrieren unterschiedliche Verbindungsschichten unterschiedlich gut bzw. schlecht realisieren werden können, wurden auch Kombinationsmöglichkeiten der beiden Verfahren untersucht. Oberflächenpassivierungen können beim Gasnitrieren des Werkstoffs X38CrMoV5-3 zu einer ungleichmäßigen Nitrierung führen. Beim Plasmanitrieren können Oberflächenpassivierungen durch Sputtern vor- und während des Nitrierens leichter überwunden werden. Soll eine dicke Verbindungsschicht erzeugt werden, so ist das Gasnitrieren besser geeignet. Um eine gleichmäßige, dicke Verbindungsschicht zu erzeugen kann daher eine Verfahrenskombination aus Plasma- und Gasnitrieren verwendet werden. Die Entpassivierung erfolgt durch Annitrieren im Plasma und in einem anschließenden Gasnitrierschritt wird die dicke Verbindungsschicht gebildet. Da es beim verbindungsschichtfreien Gasnitrieren (Variante 1) der Untergesenke Probleme mit einer Passivierung, die durch die Hartbearbeitung der Gravur entstand, gab, wurde für diese Werkzeuge eine Kombinationsbehandlung bestehend aus einem Annitrieren im Plasma und einem verbindungsschichtfreien Gasnitrieren durchgeführt. Eine alternative Aktivierung der Oberflächen dieser Werkstoffe kann durch Oxinitrieren erfolgen [Spi97] [Lip10] [Spi12]. Dabei sollte das Oxidationspotential entsprechend geregelt werden, um mögliche Randschicht-Abplatzungen und die Bildung von Doppelschichten zu vermeiden. Eine Depassivierung durch Oxinitrieren kann jedoch unwirksam sein, wenn die Passivierung durch Fertigungs- oder Strahlrückstände verursacht wird. Im Optimalfall sollte die Kombination aus Gas- und Plasmanitrieren in ein und derselben Anlage durchgeführt werden, um doppeltes Chargieren, Aufwärmen und Abkühlen zu vermeiden. Dieses wurde in der vorliegenden Arbeit durch Kombination von Plasma- und Niederdruckgasnitrieren realisiert.

## **6.2. Ausgangsgefüge**

Neben dem Schwerpunkt der unterschiedlichen Nitrierschichten wurden auch der Einfluss der Vorwärmebehandlung und die durch die Fertigung und das Nitrieren entstehenden Eigenspannungen und Verfestigungen untersucht, da auch diese Faktoren einen Einfluss auf die Gesenklebensdauer haben.

### 6.2.1. Vorwärmebehandlung

Die im Abschreckdilatometer durchgeführten Vorwärmebehandlungsvarianten führten im Vergleich zum Ausgangszustand alle zu einer Vergrößerung des Gefüges. Die im Gefüge ausgeschiedenen Sondercarbide hemmen das Kornwachstum, was ein erwünschter Effekt bei Warmarbeitsstählen ist. Beim Austenitisieren werden die Sondercarbide aufgelöst und können dem Kornwachstum nicht mehr entgegen wirken. Zusätzlich wurde das Kornwachstum bei den Untersuchungen im Dilatometer durch die vergleichsweise lange Haltedauer begünstigt, da die Austenitisierungsdauer von den Werkzeugbehandlungen übernommen und nicht an das kleinere Probenvolumen angepasst wurde. Bei einer höheren Austenitisierungstemperatur und bei der Behandlung mit vorherigem Lösungsglühen wurden entsprechend gröbere Körner beobachtet. Der röntgenografisch ermittelte Restaustenitgehalt lag nach allen Behandlungen im Abschreckdilatometer unter der Nachweisgrenze von 2 %.

Die Homogenität des Werkstoffgefüges wird wesentlich durch die Werkstoffqualität bestimmt, da Inhomogenitäten wie eine ausgeprägte Zeiligkeit nach dem Vergüten erhalten bleiben. Durch eine vorgeschaltete Lösungsglühbehandlung wird die Homogenität des Werkstoffs verbessert und nach der anschließenden Vergütungsbehandlung liegen die Karbide feiner verteilt vor. Das durch das Lösungsglühen bedingte Kornwachstum ist für die Anwendung in der Praxis jedoch inakzeptabel und kann durch entsprechendes Kornfeinen anschließend ggfs. korrigiert werden. Soll die für den Werkstoff X38CrMoV5-3 typische Zeiligkeit vermieden werden, sollte eine ESU- oder LBV-Qualität verwendet werden.

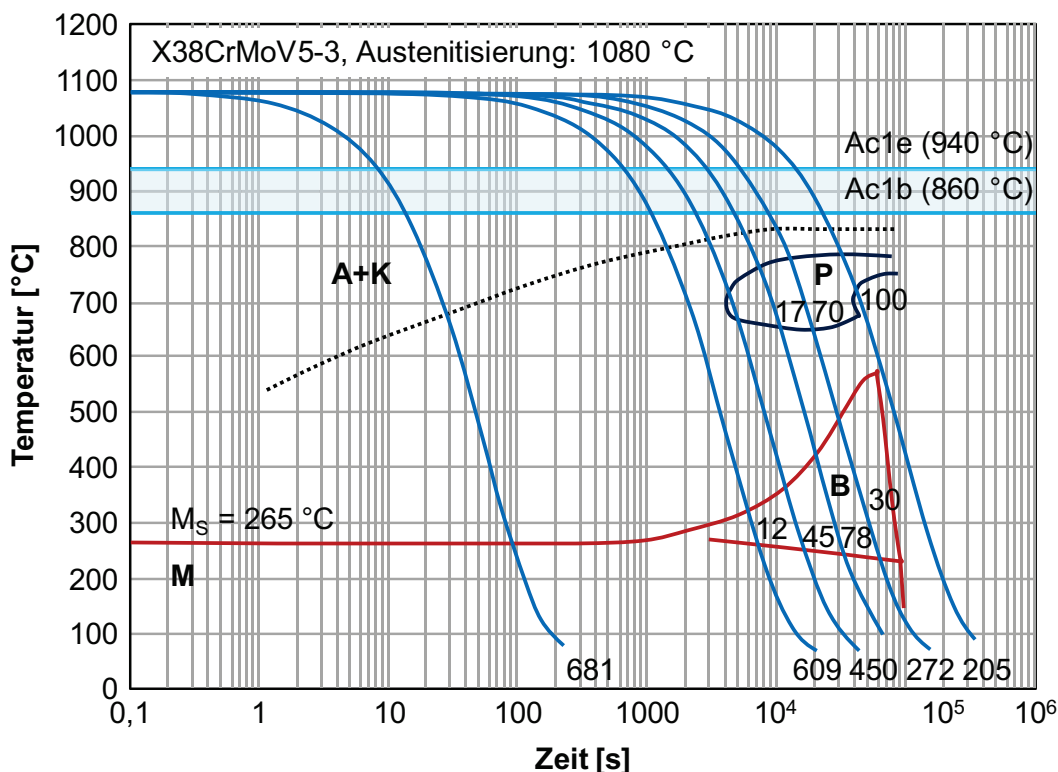


Abbildung 116: ZTU-Diagramm des Werkstoffs X38CrMoV5-3 [Som15]

Abbildung 116 zeigt das Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild (ZTU) des Werkstoffs X38CrMoV5-3. Die schwarze gestrichelte Linie zeigt die Carbidausscheidung beim Abkühlen an. Durch unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeiten (in der Praxis realisiert durch unterschiedliche Abschreckmedien) kann die Intensität der Carbidbildung auf den Korngrenzen beeinflusst werden. Bei den untersuchten Abkühlgeschwindigkeiten von 1 K/s

und 10 K/s erfolgt die Carbidausscheidung zu unterschiedlichen Zeitpunkten während der Abschreckung. Die schnellere Abkühlung führt zu einer Carbidbildung bei niedrigeren Temperaturen, die langsamere Abkühlung zu einer Carbidbildung bei höheren Temperaturen. In den REM-Bildern ist nach den Behandlungen mit unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten kein Unterschied in der Ausscheidungsstruktur zu erkennen. Da die Proben nach dem Abschrecken angelassen wurden, liegen neben den beim Abschrecken entstandenen Primärcarbiden auch Sekundärcarbide vor.

Durch Tiefkühlen entstand ein feinerer Martensit. Eine feinere Ausscheidung der Carbide konnte durch eine höhere Austenitisierungstemperatur und durch das vorherige Lösungsglühen erzielt werden. Diese beiden Vorwärmebehandlungsvarianten führten jedoch wie bereits diskutiert auch zu einem größeren Korn.

Die Untersuchungen zur Vorwärmebehandlung haben gezeigt, dass durch die optimale Abstimmung von Werkstoffqualität und Vorwärmebehandlung die Verteilung der Sekundärcarbide und damit die Zähigkeit des Werkstoffs gezielt beeinflusst werden kann. Eine enge Absprache mit dem Werkstoffhersteller ist in diesem Punkt wichtig, um die durch Wärmebehandlung eingestellte Werkstoffeigenschaft für den speziellen Anwendungsfall zu optimieren.

### **6.2.2. Eigenspannungen**

Der Werkzeugrandbereich, der in der Regel der maximal beanspruchte Bereich ist, wird durch in der Fertigung eingebrachte Eigenspannungen und Verformungen beeinflusst. Durch röntgenografische Messungen konnte gezeigt werden, dass durch die Oberflächenendbearbeitung bei dem Warmarbeitsstahl X38CrMoV5-3 Druck- und Zugeigenspannungen im Randbereich entstehen, die in eine Tiefe von bis zu einigen hundert  $\mu\text{m}$  reichen. Druckspannungen entstehen in den bei der Bearbeitung verformten Bereichen durch die normal und/oder parallel zur Oberfläche wirkenden Kräfte [Sch90]. Die unterschiedlichen Fertigungsprozesse haben eine unterschiedliche Reichweite, beim Fräsen ist die Wirtiefe geringer als beim Drehen. Eine allgemeingültige Aussage kann hier jedoch nicht getroffen werden, da die entstehenden Eigenspannungen stark von den Bearbeitungsparametern sowie vom Werkstoff(zustand) abhängen [Sch90]. Im untersuchten Fall bildeten sich sowohl beim Drehen als auch beim Fräsen Zugspannungen an der Oberfläche, die bei der gedrehten Variante innerhalb weniger Mikrometer in Druckspannungen von ca. -450 MPa übergehen. Bei der gefrästen Variante entstehen kaum Druckeigenspannungen. Durch das anschließende Gravurschleifen entstehen im Randbereich Druckeigenspannungen. Die Wirtiefe ist im Vergleich zum Drehen und Fräsen geringer und kann variieren, da dieser Schritt manuell ausgeführt wird. Ein Vergleich der Eigenspannungsverläufe nach der Oberflächenfertigung mit und ohne vorherigem Vergüten macht deutlich, dass für die untersuchten Zustände die fertigungsbedingten Eigenspannungen bis in einer Tiefe von max. 400  $\mu\text{m}$  entstehen. Außerdem entstehen betragsmäßig höhere Eigenspannungen, wenn der Werkstoff vor der Endbearbeitung vergütet wurde, was dadurch zu erklären ist, dass die Spankräfte und damit auch die dadurch verursachten Eigenspannungen bei der Bearbeitung vom Werkstoffzustand bzw. von der Festigkeit abhängig sind. Die höhere Streckgrenze nach dem Vergüten ist verantwortlich für höhere Zerspankräfte bei der anschließenden Bearbeitung.

Nach dem Nitrieren liegen bei allen Varianten hohe Druckeigenspannungen im Randbereich vor. Nach der Fertigung wiesen die gedrehten Varianten etwas höhere Druckspannungen auf

als die gefrästen Varianten, nach dem Nitrieren verhält es sich genau andersherum: Bei den gedrehten Varianten entstehen mit knapp -800 MPa etwas geringere maximale Eigenspannungen als bei den gefrästen Varianten mit ungefähr -1000 MPa. Dieser Unterschied ist angesichts der Standardabweichung gering. Vermutlich liegt das echte Eigenspannungsmaximum zwischen den Abtragschritten, was den Unterschied weiter reduziert. Dass das Druckeigenspannungsmaximum nicht am Rand, sondern unter der Oberfläche liegt, ist dadurch zu erklären, dass durch die beim Nitrieren ablaufende spannungsinduzierte Umverteilung von Kohlenstoff aus Chromcarbid in Zementit im Randbereich ein Randabfall der Druckeigenspannungen auftritt [Oet89]. Die Tiefe der Druckspannungen nimmt nach Oettel [Oet89] mit steigender Nitrierdauer zu und folgt – wie die Nitrierhärte – in erster Näherung einem Wurzel-Zeit-Gesetz.

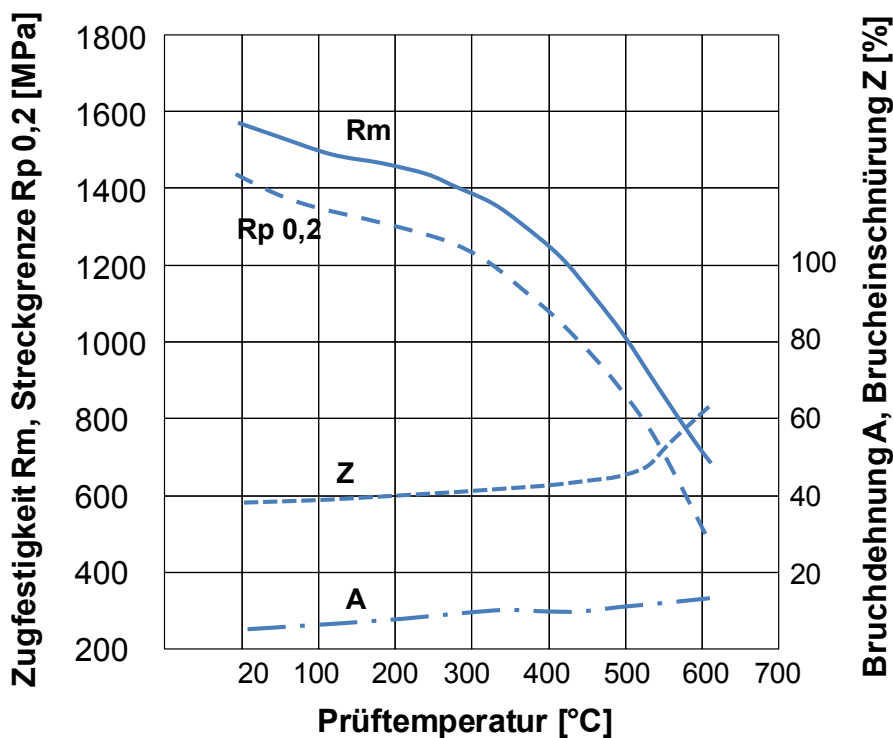


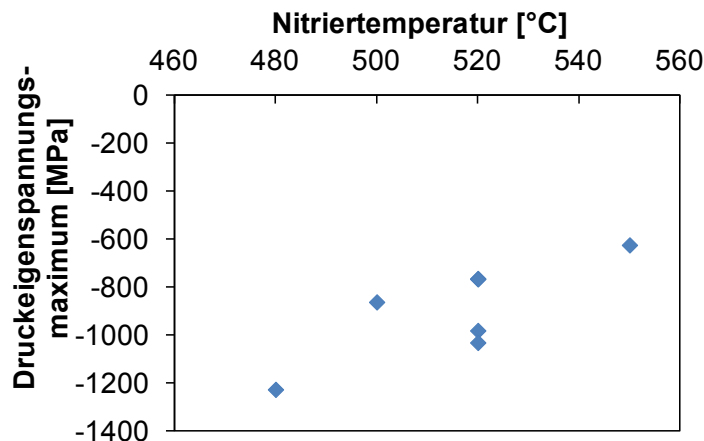
Abbildung 117: Warmfestigkeitsschaubild des Warmarbeitsstahls X38CrMoV5-3 [Mae07]

Die Eigenspannungsverläufe nach dem Nitrieren der unterschiedlichen Proben sind sehr ähnlich, obwohl nach der Fertigung deutlich unterschiedliche Zustände vorlagen. Daher liegt die Vermutung nahe, dass beim Nitrieren ein partieller Eigenspannungsabbau stattfindet. *Abbildung 117* zeigt das Warmfestigkeitsschaubild des Werkstoffs X38CrMoV5-3 [Mae07]. Bei einer Nitriertemperatur von 520 °C hat der untersuchte Stahl eine Warmstreckgrenze von ca. 800 MPa, d. h. Eigenspannungen werden durch plastische Verformung bis zu diesem Wert abgebaut. Die durch die Fertigung eingebrachten Eigenspannungen erreichen diesen Wert nicht, daher ist ein Eigenspannungsabbau durch plastische Verformung beim Nitrieren nicht zu erwarten. Bei den beiden gedrehten Varianten, die höhere Fertigungseigenspannungen aufweisen als die gefrästen Varianten, findet beim 36stündigen Glühen bei 520 °C trotzdem ein Eigenspannungsabbau von 100-200 MPa statt (*Abbildung 76*). Dies ist durch zeitabhängige Prozesse wie z. B. Kriechen erklärbar [Epp11]. Der Unterschied zwischen den gedrehten und gefrästen Varianten in den maximalen Eigenspannungen nach dem Nitrieren liegt ebenfalls bei 100-200 MPa. Es findet offensichtlich eine Wechselwirkung zwischen Eigenspannungsabbau durch Kriechen und Eigenspannungsaufbau durch den interstitiellen Stickstoffeinbau statt. Zusätzlich ist zu



berücksichtigen, dass die Diffusion des Stickstoffs beim Nitrieren durch Eigenspannungen und Versetzungsstrukturen, wie sie durch die Fertigung erzeugt wurden, beeinflusst wird.

Die Höhe der maximal möglichen Eigenspannungen bei Nitriertemperatur wird durch die Warmfestigkeit begrenzt [Spi98][Hof96]. *Abbildung 118* zeigt die maximal gemessenen Druckeigenspannungen der untersuchten Proben in Abhängigkeit von der Nitriertemperatur. Aus der Auftragung wird deutlich, dass die Höhe der maximalen Eigenspannungen stark durch die Nitriertemperatur bestimmt wird. Die durch die Fertigung eingebrachten Eigenspannungen spielen scheinbar im untersuchten Bereich eine untergeordnete Rolle für die Höhe der Eigenspannungen nach dem Nitrieren.



*Abbildung 118: Druckeigenspannungsmaximum in Abhängigkeit von der Nitriertemperatur*

Am Werkzeug wurden die Fertigungseigenspannungen nur an der Oberfläche gemessen. Aus den Messungen am Untergesenk wird jedoch auch so deutlich, dass in den unterschiedlichen Gravurbereichen deutlich unterschiedliche Eigenspannungen vorliegen. Dabei können durch unsymmetrische Bearbeitung auch innerhalb eines Gravurbereichs unterschiedliche Eigenspannungszustände entstehen.

### 6.3. Standmengenuntersuchungen

#### 6.3.1. Nitrierbehandlung der Schmiedegesenke

Nach den Voruntersuchungen zum Erzeugen unterschiedlicher Nitrierzustände am Werkstoff X38CrMoV5-3 wurden acht Nitrier- und Nitrocarburierbehandlungen auf Werkzeuggesenke übertragen. Dabei wurden mit Hilfe des Gas- und des Plasmanitrierens und -nitrocarburierens unterschiedliche Nitrierschichten erzeugt, um den Einfluss der Schichtparameter auf das Verschleißverhalten zu untersuchen. Bei der Nitrierhärte tiefe wurde mit 0,1-0,6 mm die beim Nitrieren mögliche Spanne abgedeckt. Zum Erreichen höherer Nitrierhärte tiefen müsste die Behandlungsdauer deutlich verlängert werden, was in den meisten Fällen zu unwirtschaftlichen Behandlungen führt. Vier der Varianten hatten keine Verbindungsschicht. Hier wurde im Wesentlichen die Nitrierhärte tiefe variiert. Bei den anderen vier Varianten wurden sowohl unterschiedliche Verbindungsschichtdicken und –zusammensetzungen als auch unterschiedliche Nitrierhärte tiefen realisiert.

Aufgrund der unterschiedlichen Oberflächenzustände der Proben aus den Voruntersuchungen und der Versuchswerkzeuge ist die Vergleichbarkeit zwischen Probe und Werkzeug nicht zwingend gegeben [Lie06]. Durch unterschiedliche Endbearbeitung können selbst innerhalb eines Gravurbereichs unterschiedliche Oberflächenzustände (vgl.

5.3.4 *Eigenspannungen am Werkzeug*) vorliegen, die eine unterschiedliche Nitrierbarkeit aufweisen. Um die Gleichmäßigkeit der Nitrierung im Gravurbereich zu überprüfen, wurden Werkzeugteile mit den Versuchswerkzeugen nitriert und anschließend metallografisch analysiert. Die Obergesenke waren vor dem Nitrieren weich bearbeitet, vergütet und reinigungsgestrahlt worden. Die in den Vorversuchen an den Scheibenproben ermittelten Behandlungen ließen sich gut auf die Obergesenke übertragen. Alle acht Behandlungen führten zu einer gleichmäßigen Nitrierschicht entlang der Gravur. Die Nitrierschichten an den Untergesenken, die erst nach dem Vergüten endbearbeitet wurden, sind weniger gleichmäßig als beim Obergesenk. Sowohl in der Verbindungs- als auch in der Ausscheidungsschicht treten Unterschiede zwischen den einzelnen Gravurbereichen auf. Dies ist wahrscheinlich auf eine während der Hartbearbeitung entstandene Passivierung zurück zu führen, welche vermutlich in den einzelnen Gravurbereichen unterschiedlich stark ausgeprägt ist. Beim Plasmanitrieren und beim Gasnitrieren mit Verbindungsschicht konnte die Passivierung zumindest teilweise überwunden werden. Ein verbindungsschichtfreies Gasnitrieren (Variante 1) der hartbearbeiteten Untergesenke war aufgrund der Passivierung nicht möglich. Um die Variante 1 dennoch auf die Untergesenke zu übertragen, wurde eine Kombinationsbehandlung bestehend aus einem kurzen Annitrieren im Plasma und der ursprünglich geplanten verbindungsschichtfreien Gasnitrierung durchgeführt.

Die unterschiedliche Nitrierbarkeit der beiden Versuchswerkzeuge zeigte sich auch bei den Serienwerkzeugen, die in einer Lohnhärterei gasnitriert wurden. Während am Obergesenk über den Gravurbereich eine gleichmäßige Diffusions- und Verbindungsschicht gebildet wurde, ist die Nitrierschicht am Untergesenk weniger gleichmäßig. Insbesondere die Verbindungsschicht ist sehr unterschiedlich: Stellenweise wurde keine Verbindungsschicht gebildet, in anderen Gravurbereichen ist diese sogar bis zu 8 µm dick und weist einen Porensaum auf. Die Nitrierhärte tiefe variiert im Gravurbereich des Serienuntergesenks zwischen 0,1 mm und 0,2 mm und lag damit sogar teilweise unterhalb der Behandlungsvorgabe von 0,15-0,25 mm.

Insbesondere nach einer Hartbearbeitung sollte unbedingt sichergestellt werden, dass die Oberflächen in den Gravurbereichen ausreichend aktiviert werden, damit eine gleichmäßige Nitrierung erfolgen kann.

### **6.3.2. Werkzeugstandmengen**

Die nitrierten Gesenke wurden im Schmiedebetrieb unter realen Bedingungen eingesetzt und die jeweiligen Standzeiten ermittelt. Obwohl eine große Vielfalt an nitrierten Randschichten untersucht wurde, gab es keine Behandlung, die zu einer signifikanten Standmengenerhöhung führte. Um einen Zusammenhang zu den Nitrierschichtkenngrößen herzustellen, wurden die erzielten Standmengen für das Ober- und Untergesenk in *Abbildung 119* gegen die Nitrierhärte tiefe aufgetragen. Bei beiden Werkzeugen steigt die Standmenge zunächst mit zunehmender Nitrierhärte tiefe an. Für Nitrierhärte tiefen > 0,3 mm ist keine weitere Verbesserung der Standmenge durch eine höhere Nitrierhärte tiefe zu beobachten. Teilweise sind die Standmengen sogar schlechter.

Bei der Auftragung wurde außerdem zwischen reinen Ausscheidungsschichten (verbindungsschichtfrei) und Nitrierschichten bestehend aus einer Verbindungs- und Ausscheidungsschicht unterschieden, da sich diese Nitrierschichttypen in ihrer Ausscheidungsstruktur und ihrer Härte unterscheiden: Bei der verbindungsschichtfreien

Nitrierung verarmt die Randschicht an Kohlenstoff und es treten keine Zementitausscheidungen an den Korngrenzen auf. Da die Diffusionsschicht nicht vollständig mit Stickstoff gesättigt wird, wird die maximale Randhärte nicht erreicht. Bei der Nitrierung mit Verbindungsschicht bildet sich unterhalb dieser ein Kohlenstoffmaximum und es scheidet sich Zementit an den Korngrenzen aus. Diese Carbide werden in der Regel als kritisch angesehen, da sie möglicherweise als Schadensausgangspunkte agieren. In der Betrachtung der Standmengen ist dieser Einfluss nicht auszumachen. Beim Obergesenk scheint sogar die Ausscheidungsschicht mit darüber liegender Verbindungsschicht zu höheren Standmengen zu führen, was wahrscheinlich auf die höhere Härte der Ausscheidungsschicht und die Korngrenzencarbide, die einen höheren Abrasionswiderstand aufweisen, zurückzuführen ist.

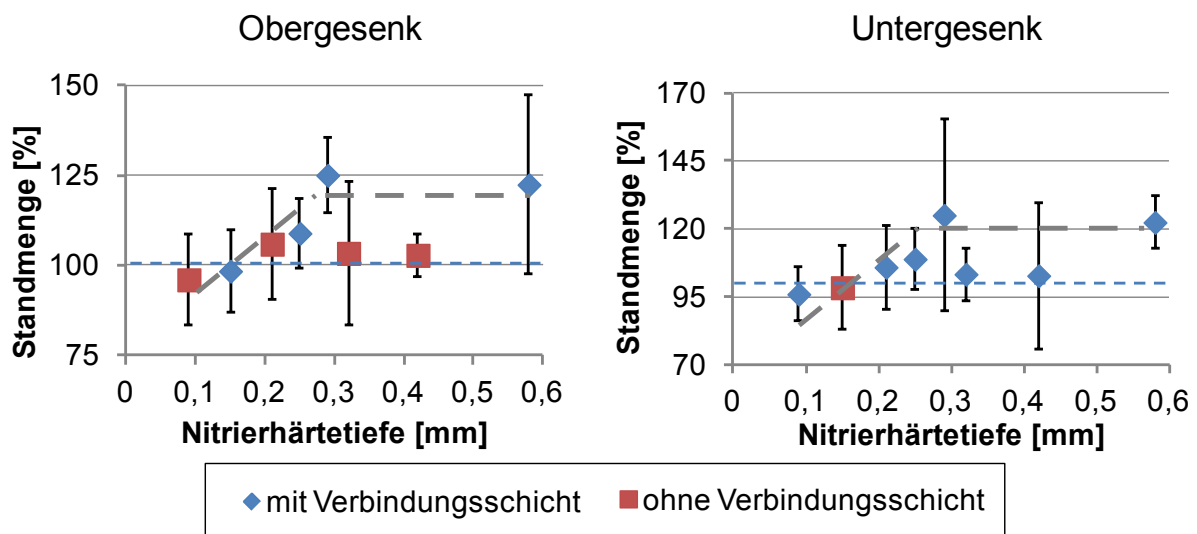


Abbildung 119: Relative Standmengen der Werkzeuge in Abhängigkeit von der Nitrierhärte tiefe

In *Abbildung 120* sind die Standmengen gegen die Verbindungsschichtdicke aufgetragen. Entgegen der in der Praxis verbreiteten Ansicht wirkt sich eine dicke Verbindungsschicht nicht negativ auf die Standmenge der untersuchten Werkzeuge aus. Eine Verbesserung der Standmenge ist durch eine dickere Verbindungsschicht aber ebenfalls nicht zu erreichen. Aus den Auftragungen geht außerdem hervor, dass eine dünne Verbindungsschicht von ca. 5-7  $\mu\text{m}$  zu besseren Standmengen führt als eine verbundungsschichtfreie Randzone. Ab einer Minstdicke von 5-7  $\mu\text{m}$  ist die Standmenge unabhängig von der Verbindungsschichtdicke. Dieser Effekt wird auf die unter der Verbindungsschicht liegende Ausscheidungsschicht zurückgeführt, die ab einer bestimmten Dicke der Verbindungsschicht mit Stickstoff gesättigt ist und ihre maximale Festigkeit durch Ausscheidungsbildung erreicht hat.

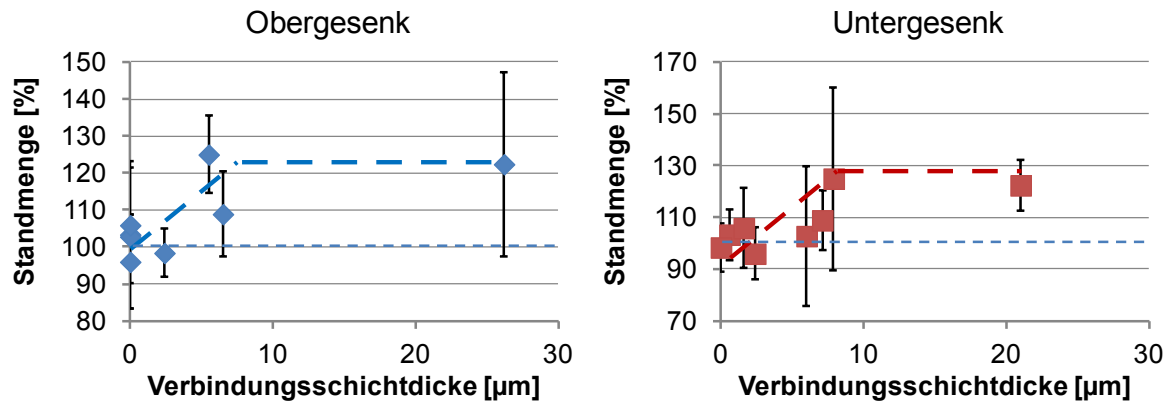


Abbildung 120: Relative Standmengen der Werkzeuge in Abhängigkeit von der Verbindungsschichtdicke

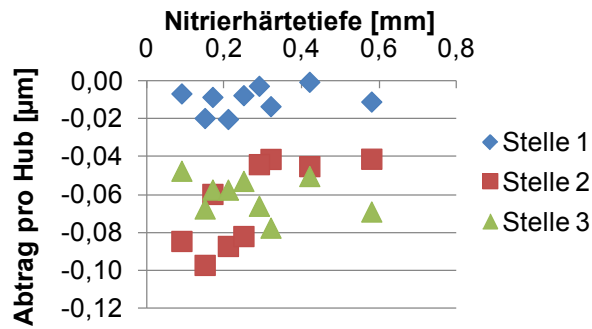
### 6.3.3. Werkzeugverschleiß

Verschleiß tritt überwiegend an den Außenradien der Gravur auf, da dort größere Mengen Werkstückwerkstoff mit hoher Relativgeschwindigkeit bei hohen Flächenpressungen über das Werkzeug gleiten und gleichzeitig ein hoher Wärmeübergang stattfindet. Solche Bedingungen können jedoch auch in flachen Gravurbereichen vorliegen. Im Gegensatz zu den Außenradien, wo der Verschleiß abrasiv ist, findet in den flachen Gravurbereichen Fließverschleiß statt, der zu Auswaschungen und Ausfurchungen führt [Spi12]. Die bei den Untersuchungswerkzeugen am stärksten verschleißgefährdeten Stellen, die die Standmenge begrenzen, sind der obere Außenradius und der Beginn der Fläche unterhalb des oberen Innenradius am Obergesenk sowie die Außenradien am Untergesenk. An diesen Stellen wurde daher eine fotografische Verschleißmessung nach Erreichen der Standmenge bzw. nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge durchgeführt.

Da nicht für jede Behandlungsvariante ein Werkzeugpaar nach dem Erreichen von 60 % der durchschnittlichen Standmenge gezielt ausgebaut werden konnte und für die Auswertung des Verschleißes nach einer festgelegten Anzahl an Umformungen nur einzelne Werkzeuge zur Verfügung standen, sind die Ergebnisse nicht statistisch abgesichert. Um dennoch alle Varianten zu berücksichtigen und eine gewisse statische Mittelung zu erreichen, wurden die Verschleißmessungen aller Versuchswerkzeuge einer Variante gemittelt und auf die jeweilige mittlere Anzahl an Abformungen bezogen.

Der so ermittelte mittlere Materialabtrag pro Hub wurde in *Abbildung 121* und *Abbildung 122* gegen die Nitrierhärte aufgetragen. Bereits bei der Auswertung des Verschleißes nach einer definierten Anzahl an Umformungen zeigte sich eine unterschiedliche Beanspruchung des flachen Bereichs nahe der Auswaschung am Obergesenk (vgl. *Abbildung 89*). An der höher verschleißbeanspruchten Stelle 2 scheint der Materialabtrag pro Hub mit steigender Nitrierhärte geringer zu werden (vgl. *Abbildung 121a*). Auch an den Stellen 1 und 3 ist eine leichte Abnahme des Verschleißes mit der Nitrierhärte auszumachen.

### a) Fläche nahe der Auswaschung



### b) Außenradius

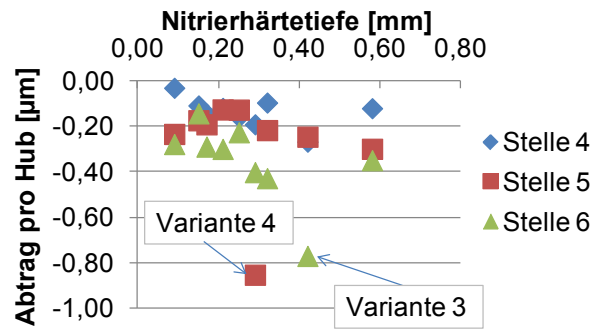


Abbildung 121: Mittlerer Materialabtrag pro Hub am Obergesenk in Abhängigkeit von der Nitrierhärte tiefe

Am Außenradius fallen zwei Punkte auf: Die Variante 4 an der Stelle 5 und die Variante 3 an der Stelle 6 (vgl. Abbildung 121b)). Tabelle 30 zeigt die einzelnen Messwerte die hinter diesen beiden Punkten stecken. Jeweils einer dieser Einzelwerte war bereits nach der Auswertung der Werkzeuge mit definierter Standmenge aufgefallen, da der Gesamtabtrag von etwa 8 mm in Relation zur Gravurgeometrie zu hoch war. Die Messungen mit einem Gesamtverschleiß von 10,6 mm bzw. fast 20 mm müssen daher ebenfalls als Ausreißer bewertet werden. Anhand der Auftragung in Abbildung 121b) scheint der Verschleiß am Außenradius mit steigender Nitrierhärte tiefe leicht zuzunehmen.

#### a) Variante 4 (Stelle 5)

Standmenge [%]	Gesamt-abtrag [mm]	Abtrag pro Hub [µm]
136	-19,95	-1,7655
115	-1,317	-0,1379
125	-1,7721	-0,1704
60	-7,8286	-1,5657

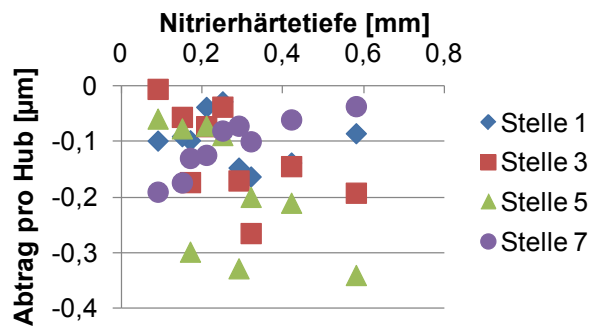
#### b) Variante 3 (Stelle 6)

Standmenge [%]	Gesamt-abtrag [mm]	Abtrag pro Hub [µm]
109	-10,58	-1,1629
97	-1,693	-0,2090
102	-3,0341	-0,3570
60	-8,3006	-1,6601

Tabelle 30: Einzelwerte der Verschleißmessung an den Obergesenken der Variante 4 an der Messstelle 5 und der Variante 3 an der Messstelle 6

Am oberen Außenradius des Untergesenks können unterschiedliche Zusammenhänge aus der Auftragung des Abtrages pro Hub gegen die Nitrierhärte tiefe interpretiert werden (vgl. Abbildung 122a)). Während an der Messstelle 1 kein Zusammenhang zwischen den aufgetragenen Größen erkennbar ist, nimmt der Materialabtrag an den Messstellen 3 und 5 mit steigender Nitrierhärte tiefe zu und an der Stelle 7 nimmt der Materialabtrag mit zunehmender Nitrierhärte tiefe ab. Am unteren Außenradius sind keine Zusammenhänge zu erkennen (vgl. Abbildung 122b)).

a) Oberer Außenradius



b) Unterer Außenradius

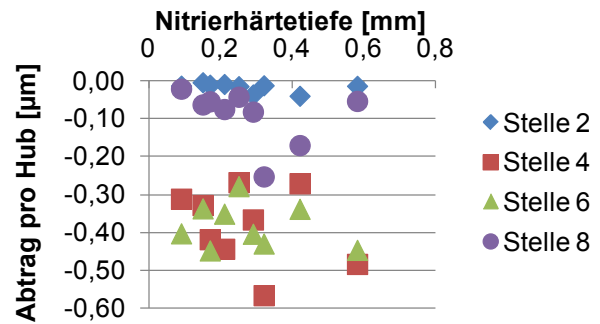


Abbildung 122: Mittlerer Materialabtrag pro Hub am Untergesenk in Abhängigkeit von der Nitrierhärte tiefe

### 6.3.4. Werkzeugschädigungen

Die Beanspruchung von Schmiedegesenken ist sehr individuell und werkzeugspezifisch und setzt sich aus thermischen, mechanischen, tribologischen und chemischen Anteilen zusammen. Die Standmengen begrenzenden Schädigungsmechanismen sind jedoch immer im Wesentlichen der Verschleiß, die mechanische und thermische Rissbildung und die plastische Verformung. Diese Mechanismen treten häufig parallel auf und beeinflussen sich gegenseitig. Um einen Zusammenhang zwischen der Nitrierschicht und dem Verschleiß zu identifizieren, wurden die Werkzeuge nach dem Einsatz metallografisch untersucht. Im Folgenden werden die beobachteten Schädigungen nach Gravurbereichen getrennt diskutiert.

#### 6.3.4.1. Außenradien

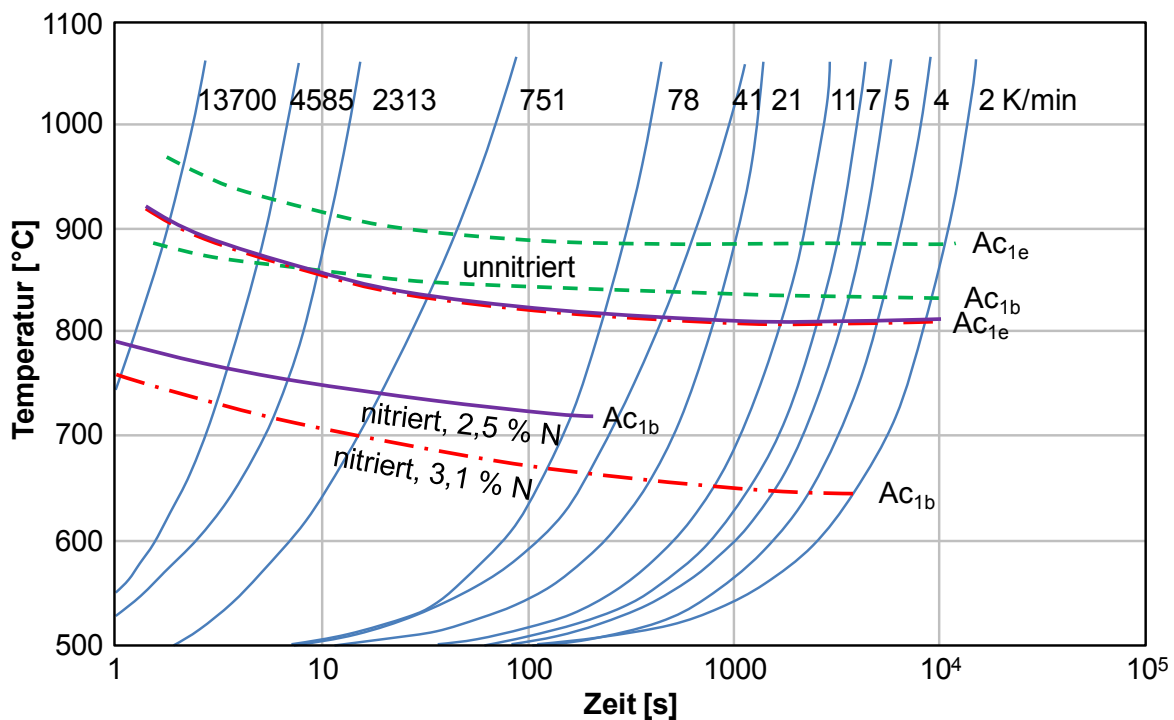
Bei der mikroskopischen Betrachtung der stark abrasiv beanspruchten Außenradien waren bereits nach wenigen Umformungen (1 % der durchschnittlichen Standmenge) Schädigungen zu erkennen. Helle oberflächennahe Bereiche deuteten auf eine Gefügeveränderung infolge hoher Temperaturen beim Schmieden hin und auch tiefe Warmrisse, die rein mechanisch bedingt beim Überschreiten der Warmzugfestigkeit des Werkzeugwerkstoffes am Ende der Druckberührung entstehen, waren bereits nach dieser vergleichsweise geringen Zahl an Umformungen zu beobachten.

Die beobachteten weißen Bereiche an den verschlissenen Werkzeugen sind typisch für Schmiedegesenke nach dem Einsatz [Wal99]. Sie lassen sich nur schwer anätzen und erscheinen daher im Lichtmikroskop strukturlos weiß. Außerdem verfügen sie über eine Härte, die über der des Grundmaterials liegt. Nach [Bra96] handelt es sich bei diesem veränderten Gefüge um ein Mikrogefüge aus „Reibmartensit“ (als Unterscheidung zum Martensit, der beim herkömmlichen Härten entsteht) mit variierendem Anteil an Restaustenit. Die hohe Härte ist sowohl auf die kleinen Korngrößen als auch auf die hohe plastische Verformung der Randzone zurückzuführen. Die weißen Gefügebereiche entstehen durch extreme thermische (hohe Temperaturgradienten) und mechanische Belastung (örtliche Verformung) der Oberfläche [Wal99]. Extreme Aufheizgeschwindigkeiten und rasches Abkühlen führen zu Umwandlungs- und Ungleichgewichtsgefügen. Hohe plastische



Verformung „zermahlt“ das Gefüge und verursacht sehr kleine Strukturen. Hohe Drücke begünstigen die Phasenumwandlungen durch eine Absenkung der Austenitisierungstemperatur. Zusätzlich werden Phasenumwandlungen durch kleine Gefügestrukturen beschleunigt.

Auch durch den beim Nitrieren ins Gefüge eingebrachten Stickstoff wird die Temperatur für den Beginn der Austenitisierung erheblich verringert. *Abbildung 123* zeigt das Zeit-Temperatur-Austenitisierungsschaubild (ZTA) für den ähnlich legierten Stahl X38CrMoV5-1 aus der Gruppe der CrMoV-Warmarbeitsstähle. Bei diesem Werkstoff bewirkt das Nitrieren eine Herabsetzung der  $Ac_1$ -Temperatur (abhängig von der Aufheizrate und vom Stickstoffgehalt) auf 750-650 °C [Spi88]. Das Diagramm kann als Orientierungshilfe bei der Interpretation der in der Werkzeugrandschicht ablaufenden zeit- und temperaturabhängigen Vorgänge dienen. Neben der abweichenden Legierungszusammensetzung ist dabei jedoch zu berücksichtigen, dass die dem ZTA-Diagramm zugrunde liegende Versuchsführung weder zyklisch ist noch vom vergüteten Zustand ausgeht.

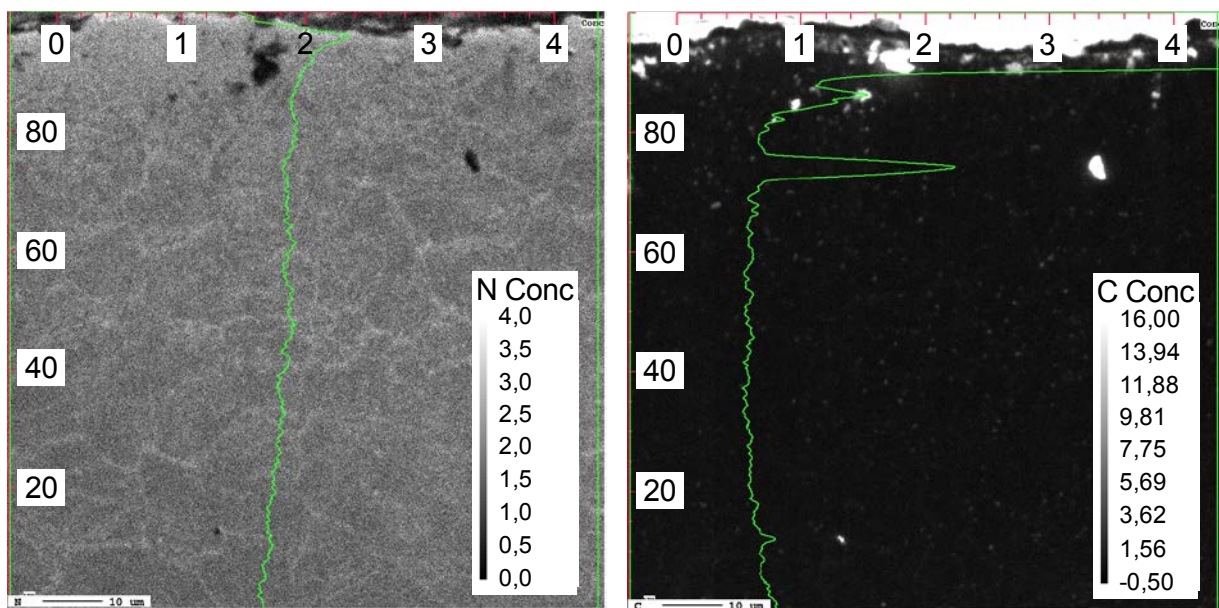


*Abbildung 123: Einfluss des Nitrierens auf das Zeit-Temperatur-Austenitisierungsverhalten (ZTA) des Stahls X38CrMoV5-1 nach [Spi88]*

Die Aufheizgeschwindigkeit der Randschicht beim Schmiedevorgang ist als hoch einzuschätzen, die Erwärmung auf die Spitzentemperatur erfolgt innerhalb weniger Sekunden. Nach dem Nitrieren betrug der Stickstoffgehalt in der Diffusionsschicht 2-2,5 Masse-%, was bedeutet, dass die Temperatur für den Beginn der Austenitisierung bei etwa 790 °C liegt. Ein Vergleich der an den verschlissenen Werkzeugen gemessenen Härteverläufe mit dem jeweiligen Anlassdiagramm ergab, dass die Temperaturen im Bereich des Außenradius beim Obergesenk ca. 640-670 °C und beim Untergesenk durch die Liegezeit des Schmiedeteils im Gesenk sogar ca. 770 °C in 40 µm Tiefe erreichen. Direkt an der Oberfläche liegt die Temperatur entsprechend darüber. Da an den Außenradien zusätzlich eine starke mechanische Beanspruchung wirkt, könnte es sich bei den hellen

Bereichen an der Oberfläche der Werkzeuge tatsächlich um neu gebildeten Martensit handeln.

Zusätzlich können bei solchen Temperaturen oberhalb der Nitriertemperatur im Laufe der Zeit auch Diffusionsvorgänge in der mit Stickstoff angereicherten Randschicht ablaufen, die zu einer chemischen Veränderung der Randschicht führen. Abhängig vom Stickstoffgehalt zersetzen sich die Eisennitride bei Temperaturen von 600-650 °C, die Legierungselementnitride haben eine höhere Temperaturbeständigkeit. Aufgrund des Diffusionsgefälles zwischen der Randschicht und der Atmosphäre kann es auch zu einer Entkohlung der Randschicht kommen. Da für die GDOES-Analyse eine ebene Fläche benötigt wird, konnte an den Außenradien kein Elementverlauf nach dem Schmieden aufgenommen werden. Alternativ wurde die Stickstoff- und Kohlenstoffkonzentration mit der Mikrosonde ermittelt. *Abbildung 124* zeigt die Stickstoff- und Kohlenstoffverteilung am Außenradius des nach 1 % der durchschnittlichen Standmenge ausgefallenen Untergesenks der Variante 1. Der Stickstoffgehalt entspricht im Messbereich etwa dem Gehalt der Diffusionsschicht nach dem Nitrieren. Da das Werkzeug verbindingsschichtfrei nitriert wurde, war der Randbereich vor dem Einsatz entkohlt. Der Kohlenstoffgehalt liegt nach dem Einsatz etwas höher. Vereinzelt sind kohlenstoffhaltige Ausscheidungen zu beobachten.



*Abbildung 124: Mit EDX ermittelte Stickstoff- und Kohlenstoffverteilung am Untergesenk Untergesenk (Variante 1) an der Messstelle 1 nach 1 % der durchschnittlichen Standmenge*

Die Gefügeveränderung in der Randschicht scheint auf jeden Fall den abrasiven Materialabtrag zu begünstigen. Im Falle einer neu gebildeten martensitischen Randzone könnte zwar die Randhärte erhöht sein, die darunter befindlichen Bereiche haben jedoch durch die hohen Anlasstemperaturen an Festigkeit verloren, sodass eine plastische Verformung durch die hohen Umformkräfte möglich wird. Eine martensitische Zone hat spröde Eigenschaften, Rissbildung, Ausbrüche und Abplatzungen sind die Folge. Ein kohlenstoffarmer Martensit würde sich unter den vorliegenden Randbedingungen ebenfalls verformen lassen und so den abrasiven Abtrag begünstigen.

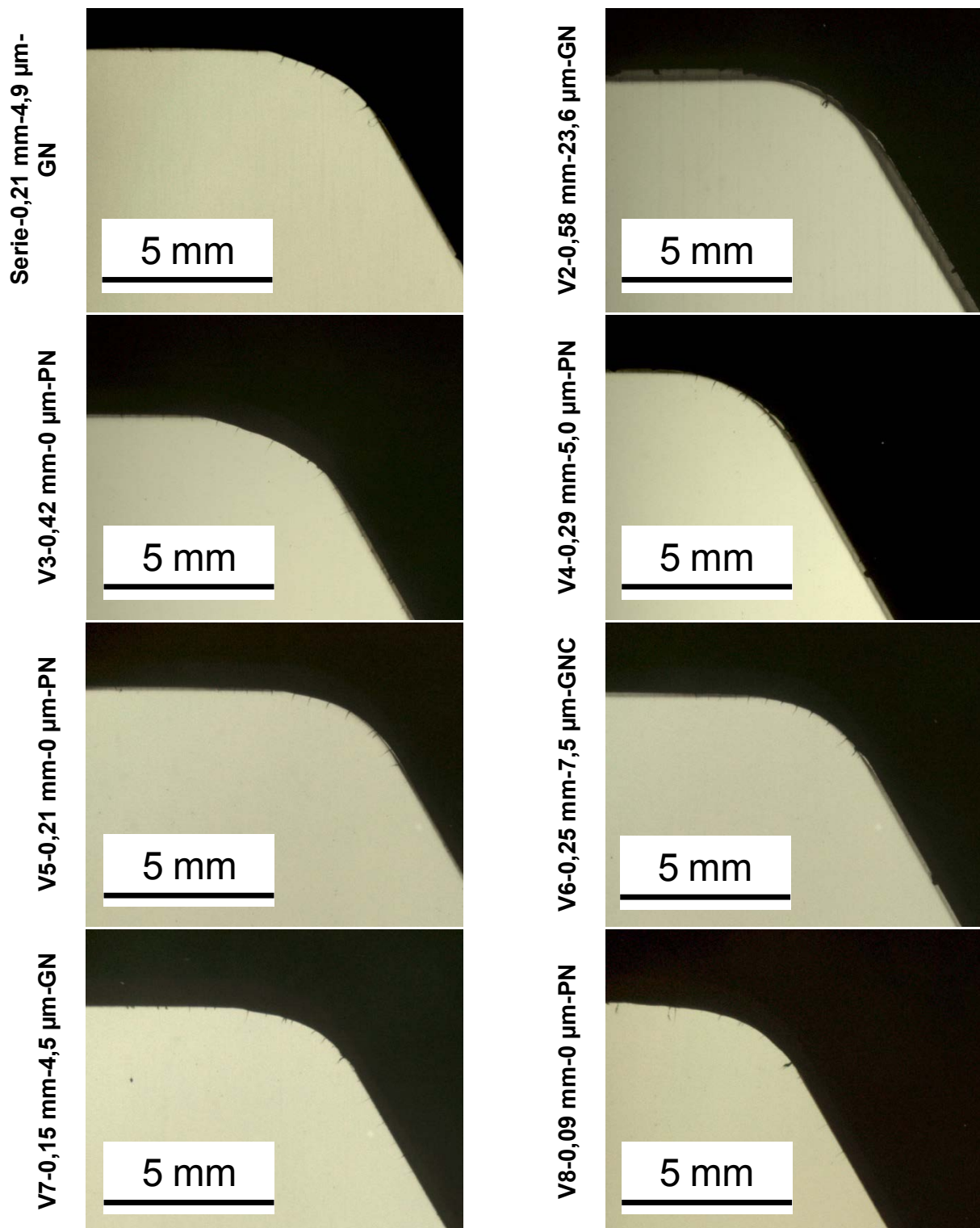


Abbildung 125: Metallografischer Schliff des Obergesenks an der Messstelle 6 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge

Abbildung 125 zeigt die metallografischen Schliffe der Obergesenke an der Stelle 6 nach einer Standmenge von 60 %. Abbildung 126 zeigt die an dieser Stelle gemessenen Härteverläufe. Der Vergleich der unterschiedlich nitrierten und nitrocarburierten Werkzeuge mit gleicher Standmenge an der Stelle 6 zeigt, dass eine hohe Nitrierhärte tiefe dazu führt, dass die Nitrierschicht in diesem thermisch-abrasiv beanspruchten Gravurbereich länger erhalten bleibt und der Grundwerkstoff dadurch länger geschützt wird.

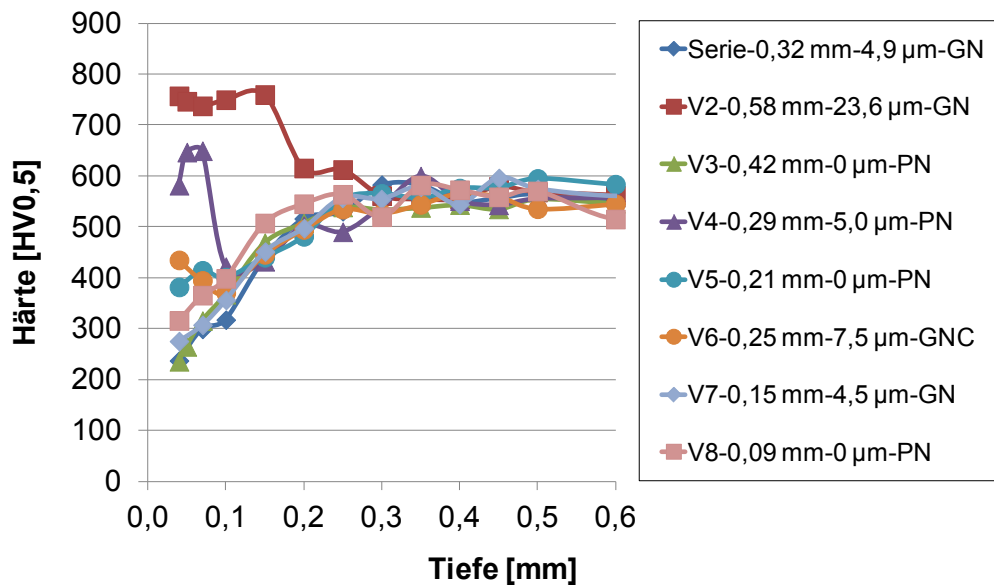


Abbildung 126: Härteverläufe am Obergesenk an der Messstelle 6 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge

Vom Untergesenk konnten nur die Behandlungsvarianten 5-8 sowie ein Seriengesenk nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge gezielt ausgebaut werden, sodass hier keine Vergleichsdaten für die Varianten mit hohen Nitrierhärte-tiefen vorliegen. Dennoch zeigen die Schliffbilder am oberen Außenradius (Abbildung 127), dass, solange die Nitrierschicht noch vorhanden ist, die Warmrisse im Bereich der Krümmung weniger stark ausgeprägt sind.

Die Härteverläufe, die in diesem Bereich aufgenommen wurden (Abbildung 128), bestätigen die Beobachtungen am Außenradius des Obergesenks. Eine hohe Nitrierhärte-tiefe führt auch hier dazu, dass die Nitrierschicht an dieser thermisch-abrasiv beanspruchten Rundung länger erhalten bleibt und der Grundwerkstoff dadurch länger geschützt wird (vgl. Abbildung 126). Allerdings scheint beim Untergesenk an der Stelle 1 die Beanspruchung niedriger zu sein, da am Obergesenk bei den Varianten 5, 6 und am Seriengesenk die Nitrierschicht nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge bereits nicht mehr vorhanden ist (vgl. Abbildung 125). In den angrenzenden flachen Gravurbereichen ist die Nitrierhärte noch vorhanden, an der Werkzeugoberfläche hat jedoch ein Anlassen der Nitrierschicht stattgefunden. Die Temperatureinwirkung scheint in dem Bereich A, wo das Schmiedestück direkt auf dem Werkzeug aufliegt, etwas höher zu sein, da der Härteabfall hier größer ist als in dem Bereich C (vgl. Abbildung 128).

An der Messstelle 6 am unteren Außenradius (Abbildung 129) ist nach einer definierten Standmenge von 60 % bei allen fünf Werkzeugen die Nitrierschicht bereits abgetragen. Es kann festgestellt werden, dass die Belastung beim Schmieden an dieser Stelle deutlich größer sein muss, da die Rundung ziemlich abgeflacht ist. Diese Beobachtung passt zu den bereits angesprochenen unterschiedlichen Größenordnungen des gemessenen Materialabtrags an den Stellen 1 und 6 (vgl. Abbildung 91 und Abbildung 92).

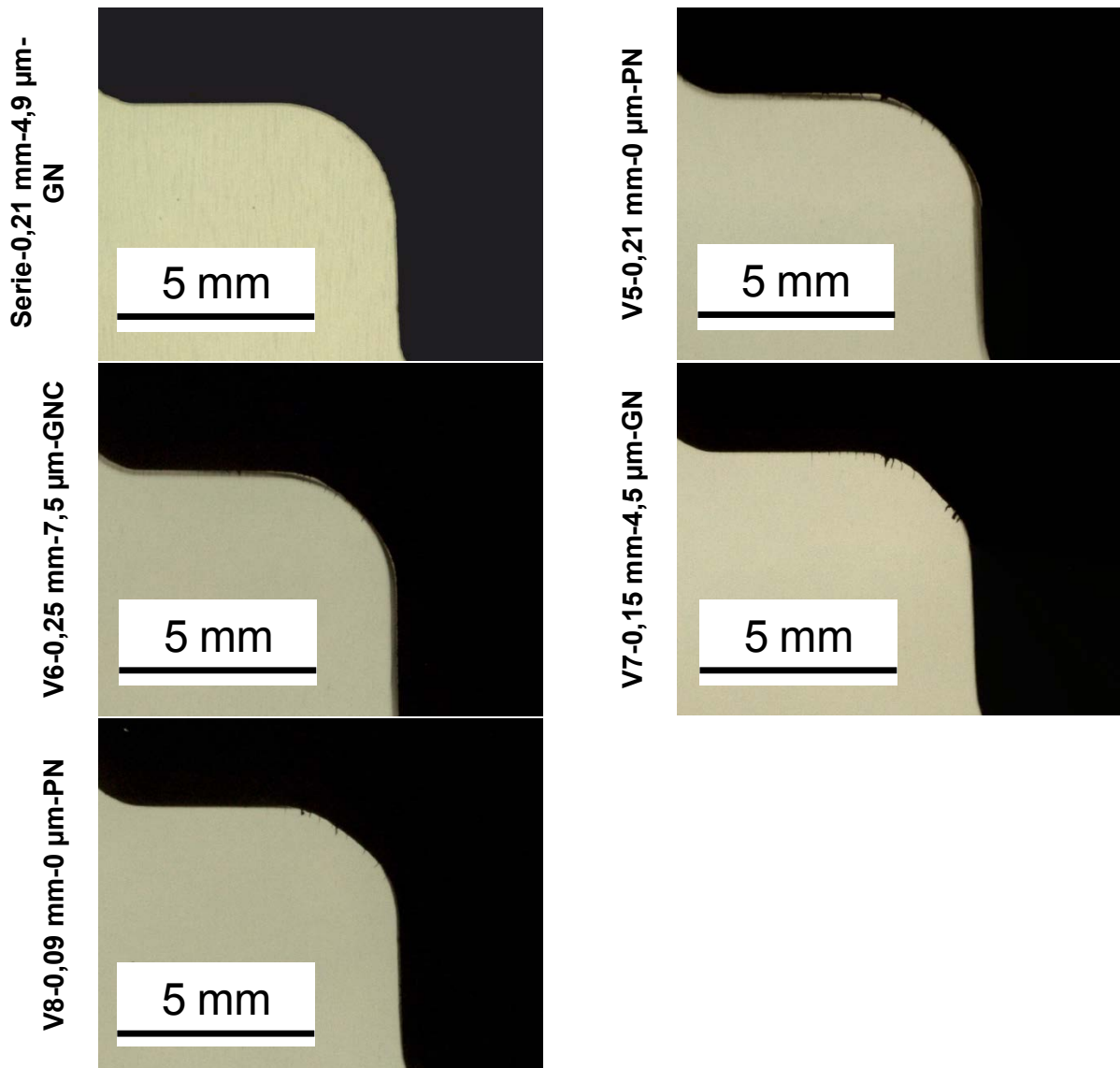


Abbildung 127: Metallografischer Schliff des Untergesenks am oberen Außenradius an der Messstelle 1 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge



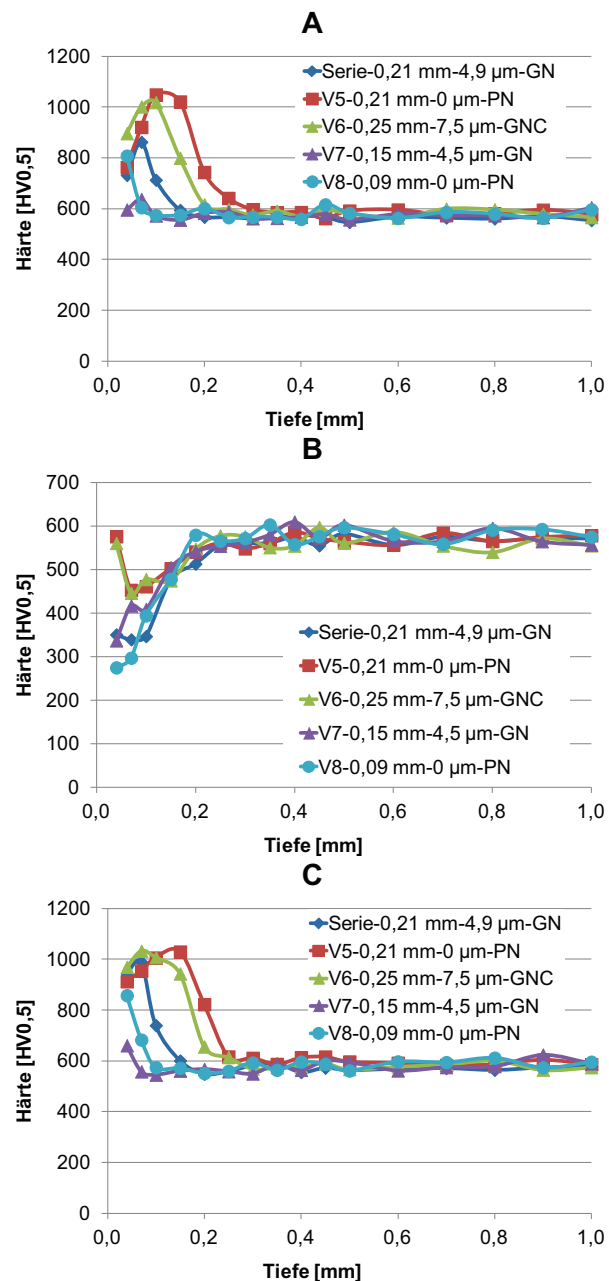
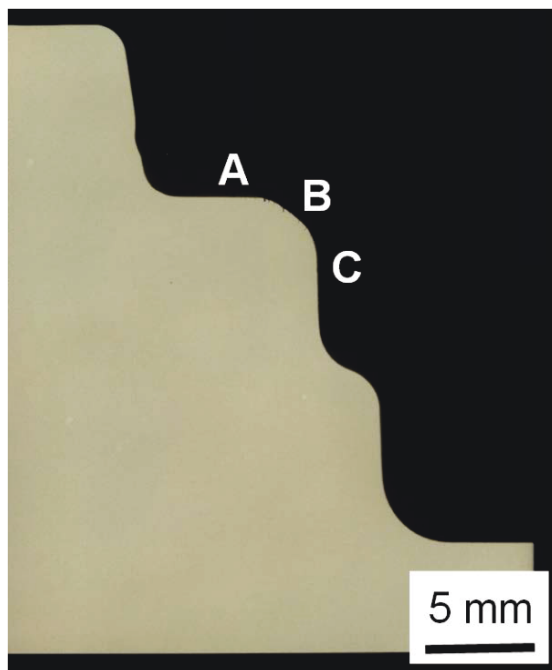


Abbildung 128: Härteverläufe am Untergesenk im Bereich der Messstelle 1 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge

Die Härteverläufe an der Stelle 6 (B in *Abbildung 130*) zeigen, dass bei allen 5 untersuchten Werkzeugen nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge die Randhärte durch ein Anlassen des Grundwerkstoffs unter die Kernhärte abgesunken ist, da die anlassbeständigere Nitrierschicht nicht mehr vorhanden ist. Aufgrund der Tatsache, dass keine Ergebnisse für Varianten mit höheren Nitrierhärte-tiefen vorliegen, kann keine Aussage getroffen werden, ob eine höhere Nitrierhärte-tiefe an dieser Stelle hilfreich wäre. Wie am oberen Außenradius (vgl. *Abbildung 128*), liegt die Hauptbeanspruchung direkt an der Krümmung des Radius. Die benachbarten Bereiche A und C weisen noch eine durch das Nitrieren erhöhte Härte auf. Die Härte im Randbereich ist durch die Temperatureinwirkung beim Schmieden niedriger als die ursprüngliche Randhärte nach dem Nitrieren. Wie am oberen Außenradius (vgl. *Abbildung 128*) scheint die thermische Belastung in dem Bereich A, wo das Schmiedestück direkt auf dem Werkzeug aufliegt etwas höher zu sein als in dem Bereich C.



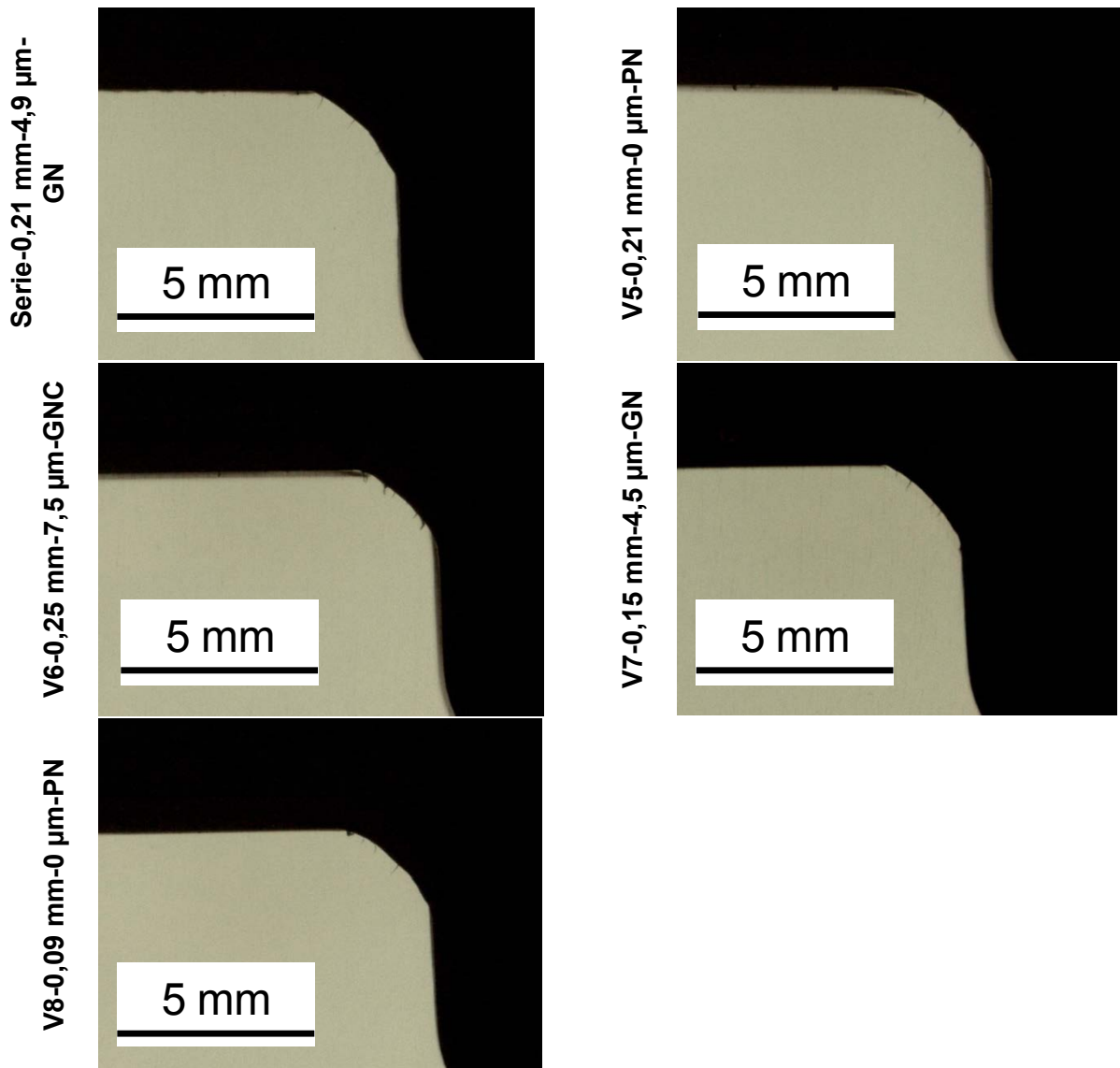


Abbildung 129: Metallografischer Schliff des Untergesenks am unteren Außenradius an der Messstelle 6 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge

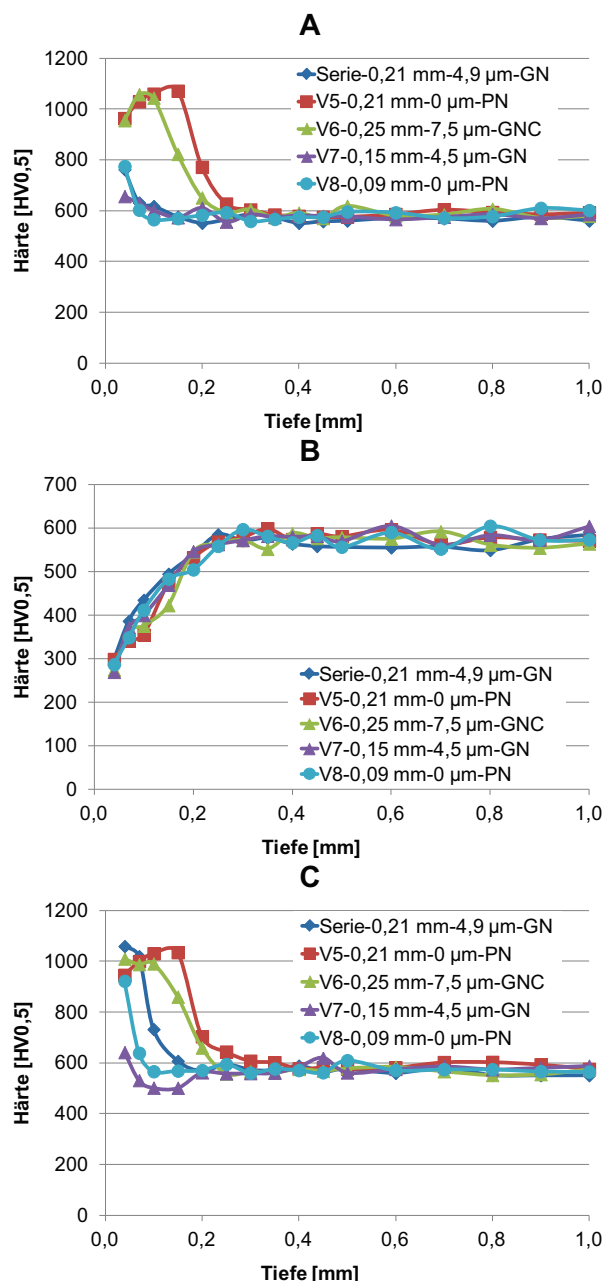
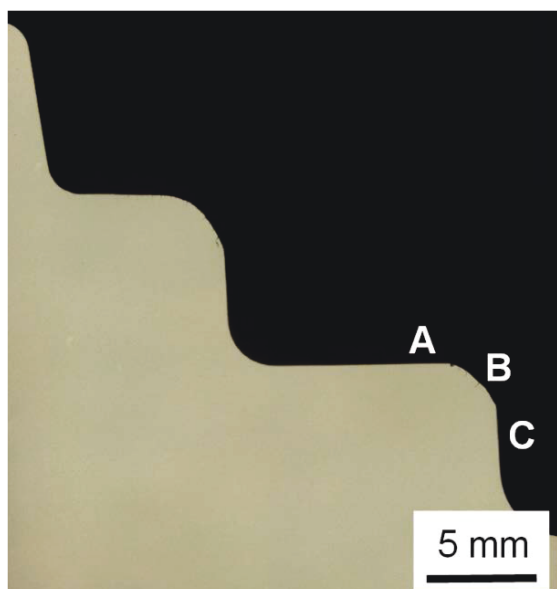


Abbildung 130: Härteverläufe des Untergesenks im Bereich der Messstelle 6 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge

Die Untersuchung von Werkzeugen mit gleicher Standmenge zeigte, dass der Verschleiß durch eine hohe Nitrierhärte tiefe verlangsamt werden kann. An den Außenradien müsste also eine höhere Nitrierhärte tiefe erzeugt werden, um den Verschleißschutz zu erhöhen. Die größte untersuchte Nitrierhärte tiefe betrug 0,6 mm und wurde in einer 120stündigen Behandlung erzielt. Eine weitere Erhöhung der Nitrierhärte tiefe würde wahrscheinlich aufgrund der langen Nitrierdauer in den meisten Fällen zu unwirtschaftlichen Behandlungen führen. Eine Alternative zum Erzeugen hoher Härte tiefen in kürzeren Prozessen ist das Carbonitrieren, wo die Eindiffusion der Elemente Kohlenstoff und Stickstoff bereits während des Austenitisierens erfolgt. Durch die höhere Temperatur wird die Diffusion beschleunigt und es können höhere Härte tiefen erzeugt werden. Das Carbonitrieren ist für un- und niedriglegierte Stähle ein gängiges Verfahren, für Warmarbeitsstähle sind jedoch sowohl die Behandlungsparameter zum gezielten Erzeugen von warmfesten und verschleißfesten

Randschichten als auch die Stabilität der entstehenden Gefüge bisher weitgehend unbekannt.

#### **6.3.4.2. Innenradien**

In den Innenradien der untersuchten Werkzeuge, wo vergleichsweise wenig Materialfluss beim Schmieden herrscht, ist die Nitrierschicht in allen Fällen nach einer definierten Standmenge von 60 % noch zu erkennen (vgl. *Abbildung 131*). Hier entstehen zwar ebenfalls Warmrisse, die meist innerhalb der Nitrierschicht enden, signifikanter Materialverschleiß wurde in diesen Bereichen aber nicht beobachtet. Die Härtemessungen bestätigen, dass im Bereich der Innenradien beim Schmieden so gut wie kein Härteabfall stattfindet. Die Temperatureinwirkung muss demnach an den Innenradien unterhalb der Nitriertemperatur liegen, da die Nitrierschicht etwa bis zu dieser Temperatur anlassbeständig ist. Mit zunehmender Standmenge treten neben den Warmrissen in diesem Bereich auch größere Ausbrüche auf. Warmrisse können durch eine hohe Warmstreckgrenze, hohe Anlassbeständigkeit, gutes Zähigkeitsverhalten und hohe Wärmeleitfähigkeit unterdrückt bzw. verringert werden. Auch Druckeigenspannungen, die z. B. durch das Nitrieren entstehen, verbessern das Verhalten der Randschicht unter Thermoschock-Bedingungen [Wal99]. In den Innenradien konnte kein Einfluss der Nitrierhärtetiefe festgestellt werden, eine geringe Nitrierhärtetiefe scheint auszureichen.

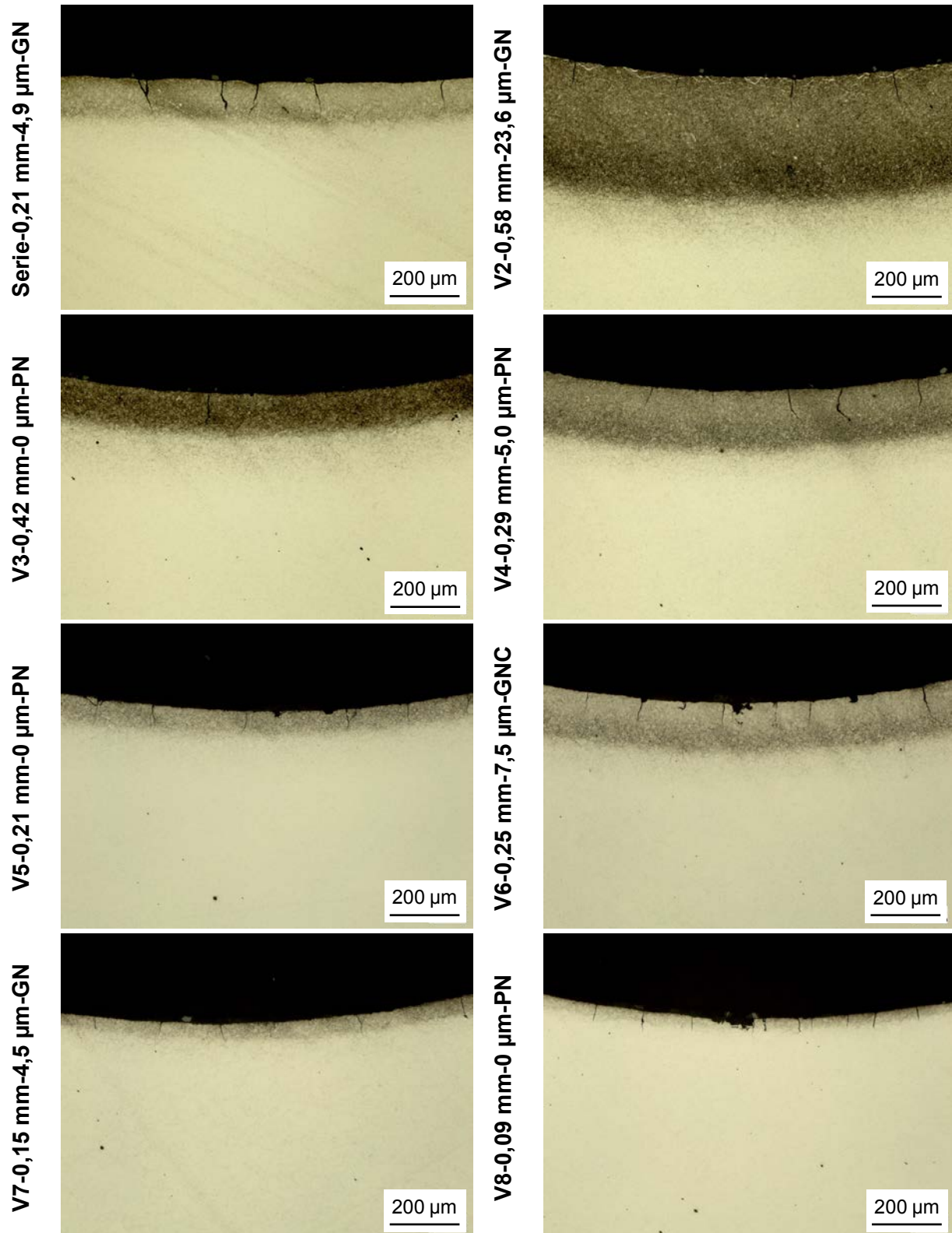


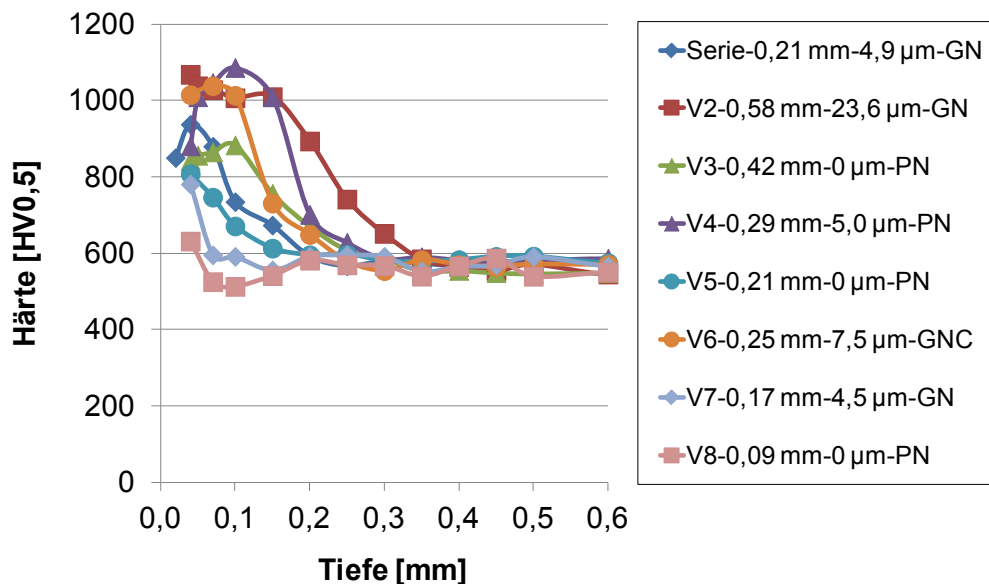
Abbildung 131: Metallografischer Schliff des Obergesenks am Innenradius nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge

#### 6.3.4.3. Gravurflächen

In den Bereichen, die hauptsächlich durch Temperaturwechsel beansprucht werden, war die Nitrierhärte tiefe noch weitestgehend vorhanden. Die am verschlissenen Gesenk

gemessenen Härteverläufe zeigen, dass die Temperatureinwirkung in den flachen Bereichen zu einem kontinuierlichen Anlassen der Nitrierschicht führt, da die Randhärte mit zunehmender Zahl an Schmiedezyklen abnimmt. Ein Vergleich der an den verschlissenen Werkzeugen gemessenen Härteverläufe mit dem jeweiligen Anlassdiagramm ergab, dass die Temperaturen im Bereich der Gravurflächen ca. 700 °C in 40 µm Tiefe betragen.

Mit steigender Anzahl an Umformungen treten außerdem vermehrt Warmrisse und auch größere Ausbrüche auf. *Abbildung 132* zeigt die an den Werkzeugen gemessenen Härteverläufe an der Messstelle 3 im Bereich der thermischen wechselbeanspruchten Fläche (am Ende der Auswaschung). Durch die wiederholte Erwärmung der nitrierten Randschicht wird diese angelassen, sodass die Härte an der Oberfläche geringer ist. Die ursprünglichen Härtetiefen sind bei den meisten Varianten nicht mehr vorhanden, da auch hier ein Materialabtrag stattgefunden hat. Zum Einfluss der Nitrierschicht kann wiederum festgestellt werden, dass diese bei ausreichender Dicke den Grundwerkstoff vor einem Härteverlust durch Anlassen schützt. Bei den Varianten 7 und 8 mit sehr kleinen Nitrierhärtetiefen ist bereits nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge ein Härteverlust im Grundwerkstoff unter der Nitrierschicht zu beobachten.



*Abbildung 132: Härteverläufe am Obergesenk an der Messstelle 3 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge*

Bei großen Nitrierhärtetiefen wurde auf den Flächen vermehrt Oberflächenzerrüttung beobachtet. Oberflächenzerrüttung entsteht durch Stauchungsvorgänge innerhalb der Randschicht während der Erwärmung und Abkühlung. Bei der Erwärmung kann sich das Material aufgrund des umgebenen kühleren Materials nicht ausdehnen und es kommt zu einer elastischen Stauchung des Werkstoffes und es entstehen Druckeigenspannungen. Wenn das Temperaturgefälle zwischen Werkzeugrandzone und dem Werkzeuginneren hoch genug ist, können die eingebrachten Druckeigenspannungen die Warmfließgrenze des Stahls erreichen und es kommt zu lokalen Plastifizierungsvorgängen. Bei der Abkühlung dreht sich der Temperaturgradient um, was zu Zugeigenspannungen führt, die wiederum bei Überschreiten der Streckgrenze plastische Verformung hervorrufen können. Mit jedem Schmiedezyklus erhöht sich der Eigenspannungszustand bis es zu einem Spannungsabbau durch Mikrorissbildung kommt [Bar04]. In [Spi12] wurde ebenfalls ein negativer Einfluss einer zu hohen Nitrierhärtetiefe an bestimmten Werkzeugen festgestellt. Dies wurde damit

begründet, dass die zunehmende Versprödung durch die Nitridausscheidungen den positiven Einfluss selbiger auf die Verschleißbeständigkeit überwiegt.

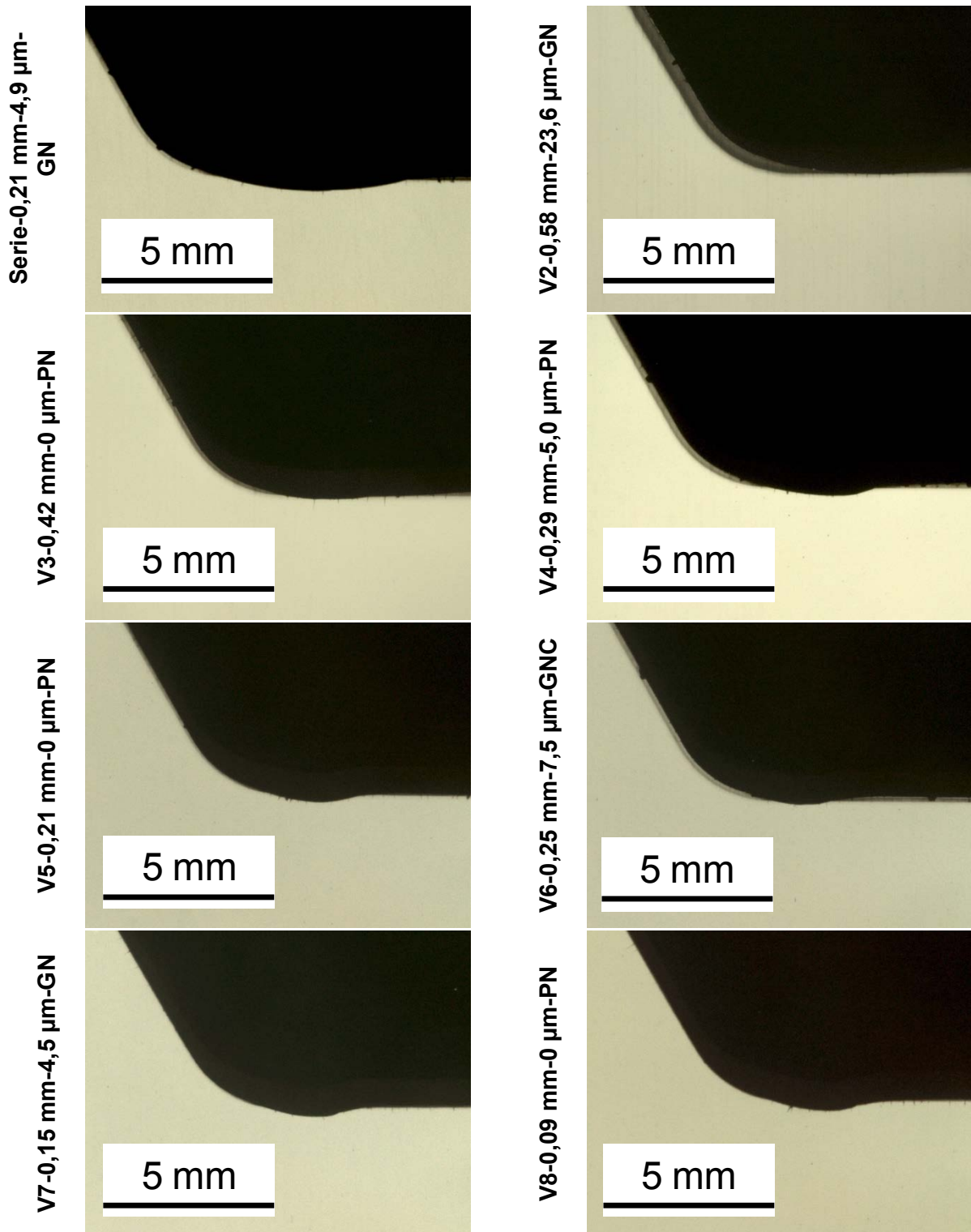


Abbildung 133: Metallografischer Schliff des Obergesenks an der Auswaschung bei Messstelle 3 nach 60 % der durchschnittlichen Standmenge

Am Obergesenk wurde im Bereich der Fläche nahe des oberen Innenradius eine Auswaschung beobachtet. Hier muss neben Temperaturwechseln auch eine hohe mechanische Belastung vorliegen. Die Auswaschung ist umso tiefer, je geringer die Nitrierhärte ist, was bedeutet, dass die härtere und temperaturbeständigere



Nitrierschicht den Beanspruchungen an dieser Stelle in der Gravur besser standhält und so den Abtrag des Grundmaterials hinauszögert (vgl. *Abbildung 133*). Das lässt vermuten, dass (zumindest ab einem gewissen Zeitpunkt) hier ein kontinuierlicher Materialabtrag stattfindet.

#### **6.3.5. Auswahl einer beanspruchungsgerechten Nitrierschicht**

Obwohl die Beanspruchung von Schmiedegesenken sehr individuell und werkzeugspezifisch ist, können aus den vorliegenden Untersuchungen Empfehlungen zum Nitrieren von Schmiedegesenken gemacht werden. Dabei ist es wichtig, die Beanspruchungen in den unterschiedlichen Gravurbereichen des zu nitrierenden Werkzeugs zu kennen, damit die Wahl einer geeigneten Nitrierbehandlung abhängig von den für den Ausfall des Gesenkes verantwortlichen Gravurbereichen und der in diesem Bereich optimalen Nitrierschicht getroffen werden kann.

##### **6.3.5.1. Nitrierhärte tiefe**

Mit zunehmender Nitrierhärte tiefe steigt die Standmenge der untersuchten Werkzeuge zunächst an. Für Nitrierhärte tiefen  $> 0,3$  mm ist keine weitere Verbesserung der Standmenge durch eine höhere Nitrierhärte tiefe zu beobachten. Teilweise sind die Standmengen bei höheren Nitrierhärte tiefen sogar schlechter.

In abrasiv beanspruchten Bereichen wie Außenradien und Flächen, wo Auswaschungen entstehen, ist eine hohe Nitrierhärte tiefe von Vorteil, da diese den Materialverschleiß verlangsamt. Sobald die Nitrierschicht in diesen Bereichen abgetragen ist, schnellte der Verschleiß in die Höhe, da der Grundwerkstoff aufgrund seiner geringeren Anlassbeständigkeit seine Festigkeit verliert und abgetragen wird.

In den Innenradien, wo bei den untersuchten Gesenken vergleichsweise wenig Materialfluss und Temperatureinwirkung beim Schmieden herrschen, ist die Höhe der Nitrierhärte tiefe irrelevant. Hier entstehen zwar bereits nach wenigen Umformungen Warmrisse, signifikanter Verschleiß wurde in diesen Bereichen jedoch nicht beobachtet. Die Nitrierschicht sorgt in diesen Bereichen für eine erhöhte Warmfestigkeit und stoppt durch ihre hohen Druckeigenstressungen das Risswachstum. Die in den Innenradien beobachteten Warmrisse endeten überwiegend innerhalb der Nitrierschicht. Eine geringe Nitrierhärte tiefe reicht in diesen Bereichen aus, eine hohe Nitrierhärte tiefe wirkt sich nicht nachteilig aus.

Anders sieht es in den Gravurflächen aus, die hauptsächlich der thermischen Wechselbelastung unterliegen. In diesem Bereich ist eher eine niedrigere Nitrierhärte tiefe zu wählen, da bei großen Nitrierhärte tiefen aufgrund der geringeren Zähigkeit der Nitrierschicht vermehrt Oberflächenzerrüttung beobachtet wurde. Hier könnte ggf. ein Nitrieren in mehreren Schritten hilfreich sein, bei denen diese Bereiche im ersten Schritt abgedeckt werden, um eine geringere Nitrierhärte tiefe als in anderen Gravurbereichen zu erzeugen.

##### **6.3.5.2. Verbindungsschicht**

Bei keinem der mit Verbindungsschicht nitrierten oder nitrocarburierten Werkzeuge ist diese nach dem Schmieden noch zu erkennen. Die Verbindungsschicht muss daher während der Abschmiedung abgetragen worden sein. Es kann anhand der untersuchten Werkzeuge jedoch nicht festgestellt werden, ob die Verbindungsschicht kontinuierlich abgetragen wurde oder in größeren Stücken herausgebrochen ist und zu welchem Zeitpunkt dies passiert ist.

Dennoch kann festgestellt werden, dass sich das Nitrieren mit Verbindungsschicht positiv auf die Standmenge der untersuchten Werkzeuge auswirkt. Bis zu einer Verbindungsschichtdicke von ca. 5-7  $\mu\text{m}$  ist eine Steigerung der Standmenge zu erkennen. Danach ist die Standmenge unabhängig von der Verbindungsschichtdicke. Dieser positive Effekt der Verbindungsschicht wird auf die Ausscheidungsstruktur in der Diffusionsschicht unterhalb der Verbindungsschicht zurückgeführt, welche auch nach dem Abtrag der Verbindungsschicht einen Einfluss auf das Gebrauchsverhalten des Werkzeugs hat. Die beim Nitrieren mit Verbindungsschicht entstehenden Korngrenzenzementide führen zu einer Steigerung der Härte in der Diffusionsschicht und weisen einen höheren Abrasionswiderstand auf. Bei bruchempfindlichen Werkzeugen können diese Ausscheidungen sich allerdings auch negativ auf das Gebrauchsverhalten auswirken, da sie eine Verringerung der Zähigkeit der Diffusionsschicht bewirken und als innere Kerben wirken [Spi12].

## 7. Zusammenfassung

Mit Hilfe der Nitrierverfahren Gas- und Plasmanitrieren/-nitrocarburieren kann eine Vielzahl unterschiedlicher Nitrierschichten mit unterschiedlichen Eigenschaften am Warmarbeitsstahl X38CrMoV5-3 erzeugt werden. Dabei können die einzelnen Verfahren unterschiedliche Verbindungsschichten unterschiedlich gut bzw. schlecht realisieren. Auf den Härteverlauf bzw. die Nitrierhärte tiefe hat das Behandlungsmedium keinen Einfluss, sofern vergleichbare Behandlungsparameter (Temperatur, Dauer, Stickstoffangebot) gewählt werden.

Das Gefüge des Werkstoffs X38CrMoV5-3 kann bereits durch das Vergüten vor dem Nitrieren in gewissen Grenzen beeinflusst werden. Die Homogenität des Werkstoffgefüges wird jedoch durch die Werkstoffqualität bestimmt, da Inhomogenitäten wie eine ausgeprägte Zeiligkeit nach dem Vergüten erhalten bleiben. Eine enge Absprache mit dem Werkstoffhersteller ist in diesem Punkt wichtig, um die durch Wärmebehandlung eingestellte Werkstoffeigenschaft für den speziellen Anwendungsfall zu optimieren.

Auch die Fertigung der Gravurflächen beeinflusst den Gefügezustand des Werkstoffes. Durch die Endbearbeitung werden Eigenspannungen in den Randbereich eingebracht, die beim Nitrieren aufgrund der hohen Warmfestigkeit des Werkstoffs nur teilweise abgebaut werden. Eine Hartbearbeitung vor dem Nitrieren kann zudem die Nitrierbarkeit des Werkstoffes durch Oberflächenpassivierung beeinflussen. Eine Passivierung durch Oberflächenaktivierung kann beim Plasmanitrieren im Vergleich zum Gasnitrieren besser überwunden werden, was zu einer gleichmäßigeren Nitrierung auf unterschiedlich gefertigten Oberflächen führt.

Um eine schmiedegerechte Nitrierschicht zu erzeugen, ist es wichtig, die Beanspruchungen in den unterschiedlichen Gravurbereichen des zu nitrierenden Werkzeugs zu kennen, damit die Wahl einer geeigneten Nitrierbehandlung abhängig von den für den Ausfall des Gesenkes verantwortlichen Gravurbereichen und der in diesem Bereich optimalen Nitrierschicht getroffen werden kann. Ggf. ist abhängig vom Werkzeug auch eine Nitrierung in mehreren Schritten denkbar, in der zunächst die Gravurbereiche abgedeckt werden, in denen eine niedrige Nitrierhärte tiefe benötigt wird. An abrasiv beanspruchten Außenradien kann der Materialverschleiß durch eine hohe Nitrierhärte tiefe verlangsamt werden. Sobald die Nitrierschicht jedoch abgetragen ist, schnellt der Verschleiß in die Höhe, da der Grundwerkstoff aufgrund seiner geringeren Anlassbeständigkeit seine Festigkeit verliert und abgetragen wird. In den Innenradien, wo bei den untersuchten Gesenken vergleichsweise wenig Materialfluss und Temperatureinwirkung beim Schmieden herrschen, ist die Höhe der Nitrierhärte tiefe irrelevant. Hier entstehen zwar bereits nach wenigen Umformungen Warmrisse, signifikanter Verschleiß wurde in diesen Bereichen jedoch nicht beobachtet. Eine geringe Nitrierhärte tiefe reicht hier aus, eine hohe Nitrierhärte tiefe scheint auch nicht schädlich zu sein. In Gravurbereichen, in denen hauptsächlich thermischen Wechselbelastung wirkt, ist eher eine geringe Nitrierhärte tiefe zu wählen, da bei großen Nitrierhärte tiefen vermehrt Oberflächenzerrüttung beobachtet wurde.

## **8. Ausblick**

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass sich der Verschleißfortschritt in den standmengenbestimmenden Bereichen erheblich beschleunigt, wenn der nitrierte Randbereich abgetragen ist, da der Werkstoff unterhalb der Nitrierschicht keine ausreichende Warmfestigkeit und Verschleißbeständigkeit besitzt. Zukünftige Untersuchungen sollten sich daher mit der Entwicklung von Prozessen zum Erzeugen höherer Härtetiefen beschäftigen. Da beim konventionellen Nitrieren die Möglichkeiten hinsichtlich der Nitrierhärtetiefe bereits nahezu ausgeschöpft sind, muss auf alternative Verfahren wie das Nitrieren im Austenitgebiet oder das Carbonitrieren – ggfs. in Kombination mit dem klassischen Nitrieren - umgeschwenkt werden. Diese Wärmebehandlungen sind im Gegensatz zum Nitrieren mit einer Gefügeumwandlung verbunden, sodass auch Maß- und Formänderungen in den Fokus der Untersuchungen sollten.

## 9. Literatur

- [Aha06] Ahangarania, S.; Mahboubib, F.; Sabour, A. R.: Effects of various nitriding parameters on active screen plasma nitriding behavior of a low-alloy steel. *Vacuum* 80 (2006) 1032–1037
- [Aha07] Ahangarani, S.; Sabour, A. R.; Mahboubi, F.: Surface modification of 30CrNiMo8 low-alloy steel by active screen setup and conventional plasma nitriding methods. *Applied Surface Science* 254 (2007) 1427–1435
- [Alv06] Alves Jr., C.; de Araújo, F. O.; Ribeiro, K. J. B.; da Costa, J. A. P.; Sousa, R. R. M.; de Sousa, R. S.: Use of cathodic cage in plasma nitriding. *Surface & Coatings Technology* 201 (2006) 2450–2454
- [Arz86] Arzamasow, B. N.: Thermochemische Behandlung von Legierungen in einer aktivierten Gasmischung. 5. Int. Konf. Über die Wärmebehandlung der Werkstoffe; Budapest, 1986
- [Ata03] de Ataide, A. R. P.; Alves Jr., C.; Hajek, V.; Leite, J. P.: Effects during plasma nitriding of shaped materials of different sizes. *Surface and Coatings Technology* 167 (2003) 52–58
- [Bal97] Baldwin, M. J.; Haydon, S. C.; Fewell, M. P.: Metastable states and nitriding plasmas. *Surface and Coatings Technology* 97 (1997) 97–101
- [Bar04] Bartz, W. J. (Hrsg.): Tribologie und Schmierung bei der Massivumformung. Expert-Verlag, Renningen, 2004
- [Bat08] Batbedat, S.: Traitements thermochimiques basse pression. Intersurface – Congrès International, 21 & 22 Octobre 2008
- [Bay08] Bayramoglu, M.; Polat, H.; Geren, N.: Cost and performance evaluation of different surface treated dies for hot forging process. *Journal of Materials Processing Technology* 205 (2008) 394–403
- [Bet94] Betzold, J.; Laudien, G.; Strämke, S.; Huchel, U.: Pulsplasmanitrieren von Nockenwellen in der Serienfertigung. *HTM* 49 (1994) 3
- [Ber05] Berg, H.-J.; Zimdars, H.; Spies, H.-J.: Einsatz von Sauerstoffmesszellen beim Plasmanitrieren. *Vakuum in Forschung und Praxis* 17 (2005) Nr. 1 30–34
- [Bir11] Birol, Y.: Effect of post-oxidation treatment on thermal fatigue behaviour of plasma nitride hot work tool steel at elevated temperatures. *Surface & Coatings Technology* 205 (2011) 2763–2769
- [Boe13] Börner, K.; Burlacov, I.; Spies, H.-J.; Biermann, H: Kontrolliertes Plasmanitrieren von Stählen mit dem Aktivgitter. AWT Fachausschuss 3 Nitrieren und Nitrocarburieren, 16.04.2013, Weißenburg
- [Bra96] Brandt, D.: Randzonenbeeinflussung beim Hartdrehen. Dissertation Universität Hannover, 1996
- [Bru05] Bruce, S.; Cheetham, V.; Merieux, F.: Mechanical vacuum pump selection considerations for low pressure nitriding, plasma nitriding and nitro-carburising. 2nd International Conference Heat Treatment and Surface Engineering in Automotive Applications, Riva del Garda, IT, Jun 20-22, 2005

- [Cas07] Castro, G.; Fernández-Vicente, A.; Cid, J.: Influence of the nitriding time in the wear behaviour of an AISI H13 steel during a crankshaft forging process. *Wear* 263 (2007) 1375–1385
- [Cle02] Cleugh, D.: Plasma species analysis for in situ assessment of surface treatments. *Surf. Eng.* 18 (2) (2002) 133-139
- [Cla05] Clarke, T. G. R.; da Silva Rocha, A.; Reguly, A.; Hirsch, T.: In situ XRD measurements during plasma nitriding of a medium carbon steel. *Surface & Coatings Technology* 194 (2005) 283– 289
- [DIN50190] DIN 50190-3:1979-03: Härtetiefe wärmebehandelter Teile; Ermittlung der Nitrierhärtetiefe. (1979)
- [Doe10] Doege, E.; Behrens, B.-A.: *Handbuch Umformtechnik*, Springer-Verlag, 2010
- [Ebe99] Ebersbach, U.: Lochfraßbeständigkeit von oxidierten Verbindungsschichten in Abhängigkeit vom (N+C)-Gehalt der  $\epsilon$ -Phase. *HTM – Härterei-Techn. Mitt.* 54 (1999) 4, S. 241-248
- [Eck87] Eckstein, H.-J.: *Technologie der Wärmebehandlung von Stahl*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig, 1987
- [Epp11] Epp, J.; Surm, H.; Hirsch, T.; Hoffmann, F.: Residual stress relaxation during heating of bearing rings produced in two different manufacturing chains. *Journal of Materials Processing Technology* 211 (2011) S. 637–643
- [Flo48] Floe, C. F.: Method of nitriding. United States Patent US2437249 (1948)
- [Foi98] Foissey, S.; Atale, O.; Deramaix, C.; Jacquot, P.: Low pressure nitriding: Nitral, Nitralox and Carbonitral. 11th Congress of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering, 4th ASM Heat Treatment and Surface Engineering Conference in Europe, Vol. 1, Florence, IT, 19-21 October 1998
- [Fra56] Francis, G.: The Glow Discharge at Low Pressures. Aus Flügge, *Handbuch der Physik* XXII, 54 (1956)
- [Gal10] Gallo, S. C.; Dong, H.: On the fundamental mechanisms of active screen plasma nitriding. *Vacuum* 84 (2010) 321–325
- [Goe94] Struktur der Materie: Grundlagen, Mikroskopie und Spektroskopie, Göpel, Ziegler, Teubner-Verlag, 1994
- [Gue97] Günther, D.; Hirsch, T.; Hoffmann, F.; Mayr, P.: Einfluß der Prozessparameter auf Eigenspannungszustand und Schichtstruktur beim Plasmanitrocarburieren. Abschlussbericht AiF 10137, IWT Bremen, 1997
- [Gue04] Günther, D.: Einfluss unterschiedlicher Chromgehalte auf die Ausbildung von Eigenspannungen und Phasenzusammensetzung beim Gasnitrieren von Stählen. Dissertation Universität Bremen, 2004
- [Gue05] Günther, D.; Pouteau, P.; Bruckmeier, S.: Nitrierte Zahnräder. Produktsicherheit nitrierter Zahnräder. FVA-Forschungsvorhaben Nr. 386 Forschungsheft. Forschungsvereinigung Antriebstechnik (2005)
- [Han58] M. Hansen, K. Anderko: *Constitutions of Binary Alloys*. McGraw-Hill, New York, 1958



- [Hof86] Hoffmann, F.: Mikrostruktur und Schwingfestigkeit von Ck45 nach kombinierter mechanischer und thermochemischer Randschichtverfestigung. Dissertation, Universität Bremen, 1986
- [Hof96] Hoffmann, F.; Hirsch, T.; Günther, D.; Kreft, U.; Mayr, P.: Eigenspannungsentstehung während des Gasnitrierens – In-situ-Messungen an Kohlenstoffstählen im  $\gamma'$ -Gebiet. Tagungsband „Nitrieren und Nitrocarburieren“, Weimar, 1996, S. 253-262
- [Hof97] Hoffmann, F.; Bujak, I.; Mayr, P.; Löffelbein, B.; Gienau, M.; Habig, K.-H.: Verschleißwiderstand nitrierter und nitrocarburierter Stähle. HTM - Härtereitechn. Mitt. 52 (1997) 6, S. 376-386
- [Hoj10] Hoja, S.; Klümper-Westkamp, H.; Hoffmann, F.; Zoch, H.-W.: Mit Nitrier- und Kohlungskennzahl geregeltes Nitrocarburieren. HTM – J. Heat Treatm. Mat. 65 (2010) 1, S.22-29
- [Huc08] Huchel, U.; Klümper-Westkamp, H.; Liedtke, D.: Lichtmikroskopische Bestimmung der Dicke und Porigkeit der Verbindungsschichten nitrierter und nitrocarburierter Werkstücke, Prüfvorschrift des AWT-FA3, AWT, Wiesbaden, 2008
- [Hud73] Hudis, M.: Study of ion-nitriding. J. Appl. Phys., Vol. 44, (1973) 4 p. 1489
- [IDS14] IDS ([www.massivumformung.de](http://www.massivumformung.de)): Branche >> Kennzahlen >> Produkte, EuroForge, 2014
- [Jon75] Jones, C. K.; Martin, S. W.; D. J.; Hudis, M.: Ion Nitriding. Proc. Of the Conf. On Heat Treatment; London; Metals Society; 1975, 71-77
- [Kar78] Karpinski, T.; Rolinski, E.: Mechanismus des Ionnitrierens. Proc. Of the Conf. VIII. Celostatne dni tepelneho spracovania; Bratislava, 1978, S. 27-37
- [Kar91a] Karamis, M. B.: An investigation of the properties and wear behaviour of plasma-nitrided hotworking steel (H13). Wear 150 (1991) 2 331-342
- [Kel71] Keller, K.: Schichtaufbau glimmitrierter Eisenwerkstoffe. HTM 26 (1971) 120-130
- [Klo06] Klocke, F.; König, W.: Fertigungsverfahren 4 Umformen, Springer-Verlag, 2006
- [Klu09] Klümper-Westkamp, H.: Optimierung der Randschichtzusammensetzung durch Nitrieren von Warmarbeitsstählen zur Steigerung der Werkzeuglebensdauer. Abschlussbericht der Projektstudie IMU12, Mai 2009, Industrieverband Massivumformung e.V., Goldene Pforte 1, 58093 Hagen
- [Klu10] Klümper-Westkamp, H.: Load-adapted nitriding and nitrocarburising of forging dies for hot massive forming of steel. European Conference on Heat Treatment 2010 Nitriding and Nitrocarburising, 29 – 30 April 2010, Aachen, Germany
- [Koe65] Kölbel, J.: Die Nitridschichtbildung bei der Glimmentladung Forschungsbericht des Landes NRW. Nr. 155. Westdeutscher Verlag. Köln (1965)
- [Kun90] Kunze, J.: Nitrogen and Carbon in Iron and Steel – Thermodynamics. Berlin: Akademie Verlag, 1990
- [Lam85] Lampe, T.: Plasmawärmebehandlung von Eisenwerkstoffen in Stickstoff- und Kohlenstoffhaltigen Gasgemischen. Dissertation, 1985

- [Lam91a] Lampe, T.; Eisenberg, S.; Laudien, G.: Verbindungsschichtbildung während der Plasmanitrierung und –nitrocarburierung. AWT-Tagung „Nitrieren und Nitrocarburieren“, 10.-12. April 1991, Darmstadt
- [Lam91b] Lampe, T.; Eisenberg, S.; Laudien, G.: Verbindungsschichtbildung während der Plasmanitrierung und –nitrocarburierung. HTM 46 (1991) 5, S. 308
- [Lan64] Langenscheid, G.: Beitrag zum System Eisen-Stickstoff-Kohlenstoff. Dissertation Bergakademie Clausthal, 1964
- [Lan77] Lange, K.; Meyer-Nolkemper, H.: Gesenkschmieden, 2. Auflage. Springer-Verlag, 1977
- [Lan88] Lange, K.: Umformtechnik, Band 2: Massivumformung, Springer-Verlag, 1988
- [Leh30] Lehrer, E.: Über das Eisen-Wasserstoff-Ammoniak-Gleichgewicht. Z. Elektrochemie 36 (1930), S. 383-392
- [Lee85] Lees, M. I.: The Energy and Mass Distribution of Ions at the Cathode of a D. C: Glow Discharge in Methane/Hydrogen Mixtures. 7th Int. Symposium on Plasma Chemistry, Eindhoven, Neth.; 1985, 576-581
- [Lei10] Leite, M. V.; Figueroa, C. A.; Corujeira Gallo, S.; Rovani, A. C.; Basso, R. L. O.; Mei, P. R.; Baumvol, I. J. R.; Sinatora, A.: Wear mechanisms and microstructure of pulsed plasma nitrided AISI H13 tool steel. Wear 269 (2010) 466–472
- [Lie86] Liedtke, D.: Beitrag zum technisch-wirtschaftlichen Optimieren des Nitrocarburierens von Bauteilen. Dissertation, TU Berlin, 1986
- [Lie06] Liedtke, D.; Baudis, U.; Boßlet, J.; Huchel, U.; Klümper-Westkamp, H.; Lerche, W.; Spies, H.-J.: Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen 2: Nitrieren und Nitrocarburieren. 3. Völlig neubearbeitete Auflage, Expert-Verlag, Renningen, 2006
- [Lin96] Linke, H.: Stirnradverzahnung; Berechnung -Werkstoffe - Fertigung. München, 1996
- [Lip10] Lippmann, N.; Kizil, Ü.; Öklü, B.: Einsatz des sensor kontrollierten Gasoxinitrierens mit Ammoniak-Wasser-Gemischen in der industriellen Praxis. European Conference on Heat Treatment 2010 Nitriding and Nitrocarburising, 29 – 30 April 2010, Aachen, Germany
- [Lui90] Luig, H.; Bobke, T.: Beanspruchung und Schadensarten an Schmiedegesenken. Tribologie und Schmierungstechnik 37 (1990) 2, S. 76-81
- [Mac82] Macherauch, E.; Kloos, K. H.: Bewertung von Eigenspannungen. Eigenspannungen und Lastspannungen, Beiheft HTM – Härterei-Techn. Mitt. (1982), S. 175-194
- [Mae07] S + C Märker GmbH: Werkstoffdatenblatt Warmarbeitsstahl X38CrMoV5-3, 2007
- [Mai36] Mailänder, R.: Eigenspannungen und Biegeweichselfestigkeit verstickter Stahlproben. Arch. Eisenhüttenwes. 10 (1936/37), S. 257-261
- [Mit85] Mittemeijer, E. J.: “Nitriding response of chromium-alloyed steels”; Journal of Metals; 37 (1985) 9; S. 16-20
- [Mir09] Mirjani, M.; Shafyei, A.; Ashrafizadeh, F.: Plasma and gaseous nitrocarburizing of C60W steel for tribological applications. Vacuum 83 (2009) 1043–1048
- [Moo58] Moore, M. G.; Evans, W. P.: Correction for stress layers in X-ray diffraction residual stress analysis. SAE Trans. 66 (1958) S. 341-345

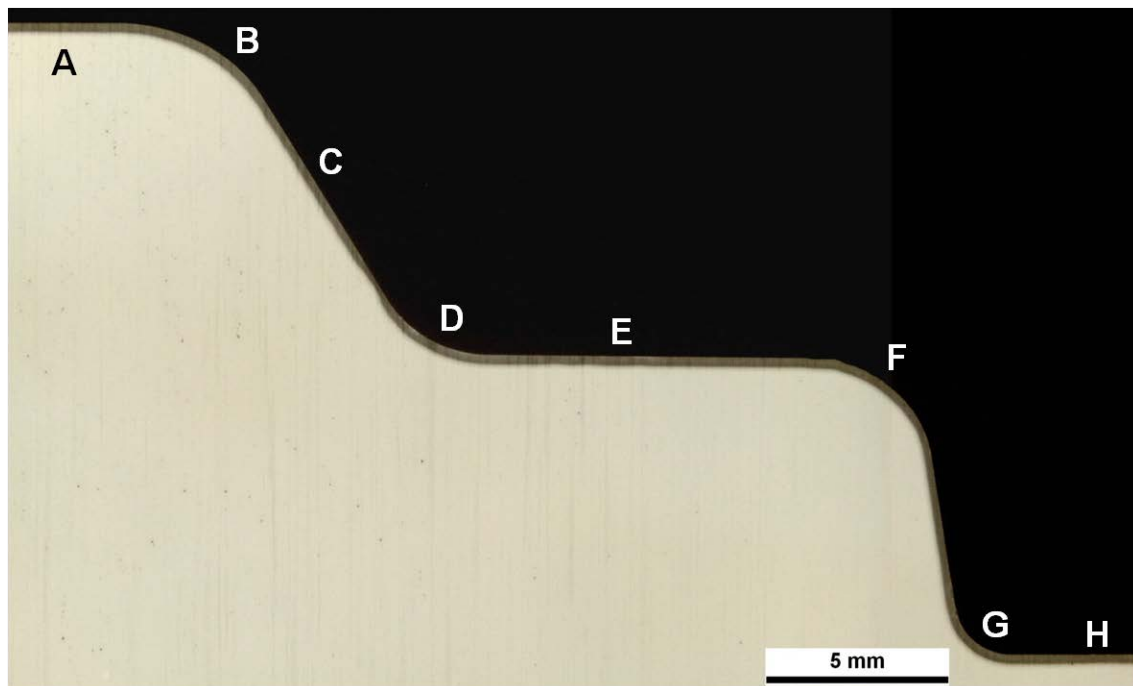
- [Oet89] Oettel, H.; Schreiber, G.: Eigenspannungen beim Nitrieren von Eisenwerkstoffen. VI. Konferenz Metallkundliche Probleme der Werkstoffentwicklung, Bergakademie Freiberg, 1989, S. 194-211
- [Oet91] Oettel, H.; Schreiber, G.: Eigenspannungsbildung in der Diffusionszone. Tagungsband „Nitrieren und Nitrocarburieren“, Darmstadt, 1991, S. 139-151
- [Pan04] Pant, M.: Erhöhung der Standmenge von durch Thermoschock und Verschleiß hoch beanspruchten Warmarbeitswerkzeugen aus Stahl 1.2365. Dissertation RWTH Aachen, 2004
- [Pas10] Paschke, H.; Weber, M.; Kaestner, P.; Braeuer, G.: Influence of different plasma nitriding treatments on the wear and crack behavior of forging tools evaluated by Rockwell indentation and scratch tests. Surface & Coatings Technology 205 (2010) 1465–1469
- [Rag87] Raghavan, V.: Phase Diagrams of ternary Iron Alloys, The Indian Institute of Metals, Calcutta, India, (1987) No. 1
- [Rol82] Rolinski, E.; Karpinski, T.: Some aspects of ion nitriding metallurgy. Warschau; Institut für Werkstoffwissenschaften, TH Warschau, 1982
- [Ros98] Rosso, M.; Scavino, G.; Jacquot, P.; Deramaix, C.: Innovative nitriding treatments applied to PM steels. 11th Congress of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering, 4th ASM Heat Treatment and Surface Engineering Conference in Europe, Vol. 1, Florence, IT, 19-21 October 1998
- [SEL03] Stahl-Eisen-Liste, 11. Auflage, Stahleisen-Verlag (2003)
- [Sch86] Schlötermann, K.: Tragfähigkeit gasnitrierter Verzahnungen. In: Industrieanzeiger Nr. 17 v. 28.2.1986/108. Jg.
- [Sch90] Scholtes, B.: Eigenspannungen in mechanisch randschichtverformten Werkzeugzuständen – Ursachen, Ermittlung und Bewertung. Habilitation Universität Karlsruhe, 1990
- [Sly96] Slycke, J.: Thermodynamics of Carbonitriding and Nitrocarburising Atmospheres and the Fe-N-C Phase Diagram. AWT-VWT-Tagung 'Nitrieren und Nitrocarburieren', Weimar, 24.-26.04.1996, Tagungsband Seite 19
- [Som11] Somers, M. A. J.: Verbindungsschichtbildung beim Nitrieren und Nitrocarburieren – Wissensstand und zukünftiger Forschungsbedarf. HTM J. Heat Treatm. Mat. 66 (2011) 2
- [Som15] Dr. Sommer Werkstofftechnik GmbH: StahlWissen NaviMat 15 XXL. Datenversion 2015. Werkstoff: 1.2367 – X38CrMoV5-3 – DIN EN ISO 4957:2001-02
- [Sou95] Souchart, J.-P.; Jacquot, P.; Prince, P.: Niederdruck-Nitrierung. Vortrag AWT-Fachausschuss 3 Nitrieren und Nitrocarburieren, 1995
- [Spi88] Spies, H.-J.; Trubitz, P.: Einfluß des Nitrierens auf das Umwandlungs-verhalten. Härtereitech. Mitt. 43 (1988) S. 340 – 347
- [Spi92] Spies, H.-J.; Bergner, D.: Innere Nitrierung von Eisenwerkstoffen. HTM 47 (1992) 6, 346-356.
- [Spi92b] Spies, H.-J.: Kontrolliertes Gasnitrieren von Eisenwerkstoffen. Stahl (1992), Nr. 2, S. 77
- [Spi93] Spies, H.-J.; Cramer, H.: „Einfluß des Gefüges auf die Zähigkeit von Nitrierschichten“, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik; Band 24; 1993; S. 320-326

- [Spi97] Spies, H.-J.; Vogt, F.: Gasoxinitrieren hochlegierter Stähle. HTM 52 (1997) 6, S. 342-349
- [Spi98] Spies, H.-J.; Berns, H.; Ludwig, A.; Bambauer, K.; Brusky, U.: Warmhärte und Eigenspannungen nitrierter Stähle. HTM Härtereitechn. Mitt. 53 (1998) 6, S. 359-366
- [Spi03] Spies, H.-J.; Berg, H.-J.; Zimdars, H.: Fortschritte beim sensorkontrollierten Gasnitrieren und –nitrocarburieren. HTM 58 (2003) 4, S. 189-197
- [Spi12] Spies, H.-J.; Zimdars, H.; Müller, C.: Erfahrungen beim Gasoxinitrieren von Werkzeugen für die Warmumformung. Meform 2012, 28.03.2012, Freiberg
- [Sza84] Szabo, A.; Wilhelmi, H.: Zum Mechanismus der Nitrierung von Stahloberflächen in Gleichspannungsglimmentladungen. HTM 39 (1984) 148-151
- [Tib74] Tibbets, G. G.: Role of nitrogen atoms in ion nitriding. J. Appl. Physics 45 (1974) 5072-5073
- [Tom99] Tomalla, V.: In-Situ Eigenspannungsmessungen bei hohen Temperaturen in CVD-beschichteten Stahls substrat-Verbundwerkstoffen. Diss. Uni Bremen, 1999
- [Tru95] Trubitz, P.; Kaminsky, T.; Brusky, U.; Kaiser, B.; Adelman, J.: „Schwingfestigkeit nitrierter Proben –Lebensdauervorhersage nitrierter bauteilähnlicher Proben mit Hilfe nomierter Wöhlerstreubänder –Einfluss der Randschicht“ Vorhaben Nr. 60; Forschungskuratorium Maschinenbau e.V., Frankfurt; 1995
- [Tel75] Telning, K.-E.: Steel and its heat treatment. Butterworths London, 1975
- [Wal99] Walter, S.: Beitrag zu den Werkstoffversagensmechanismen beim Gesenkschmieden. Dissertation Universität Hannover, 1999
- [Wal04] Walkowicz, J.; Supiot, P.; Smolik, J.; Grushin, M.: The influence of the N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> mixture composition on the spectroscopic and temporal behaviour of glow discharge characteristics in pulsed-supplied nitriding processes. Surface and Coatings Technology 180 – 181 (2004) 407–412
- [Wie42] Wiegand, H.: Nitrieren im Motorenbau. HTM - Härtereitechn. Mitt. 1 (1942), S. 166-185
- [Wil82] Wilhelmi, H.; Strämke, S.; Pohl, H. C.: Nitrieren mit gepulster Glimmentladung. HTM – Härtereitechnische Mitteilungen 37 (1982) 6, S. 263-269
- [Win10] Winter, K.-M.; Hoja, S.; Klümper-Westkamp, H.: Controlled Nitriding and Nitrocarburizing - State of the Art. European Conference on Heat Treatment 2010 Nitriding and Nitrocarburising, 29 – 30 April 2010, Aachen, Germany

## 10. Anhang

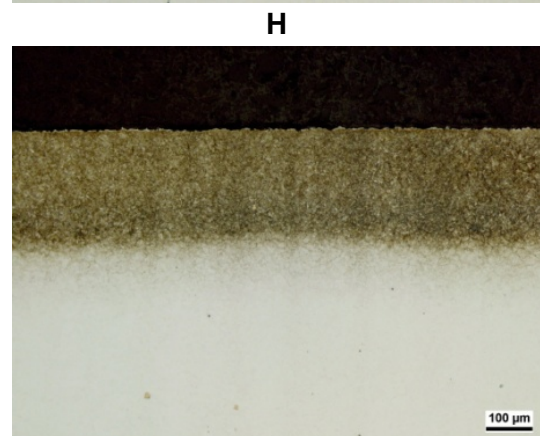
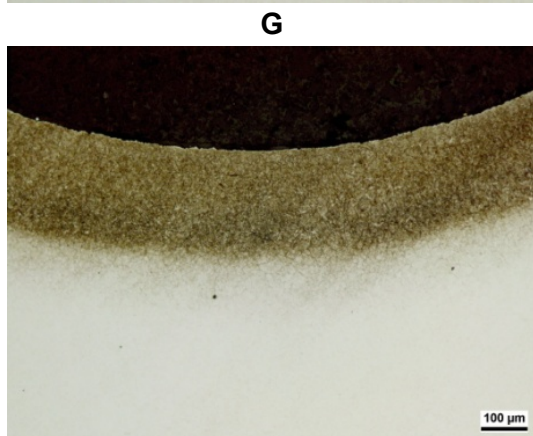
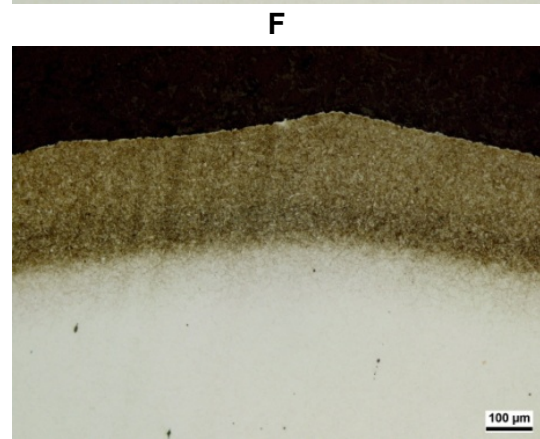
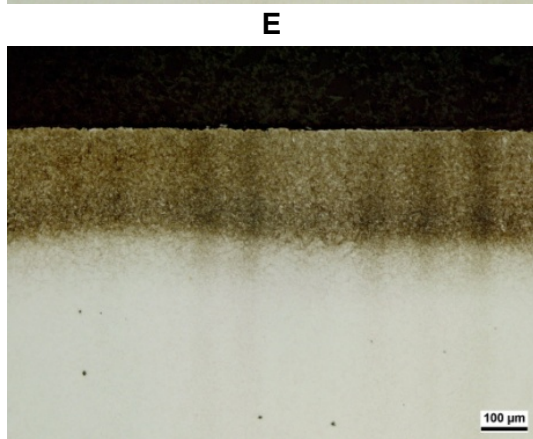
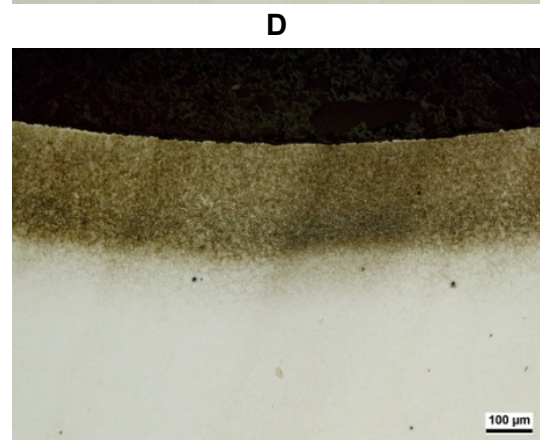
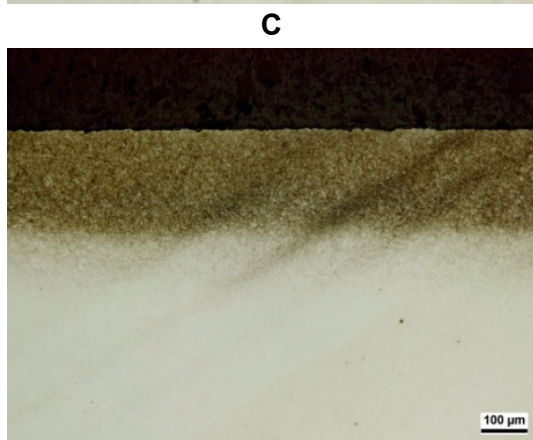
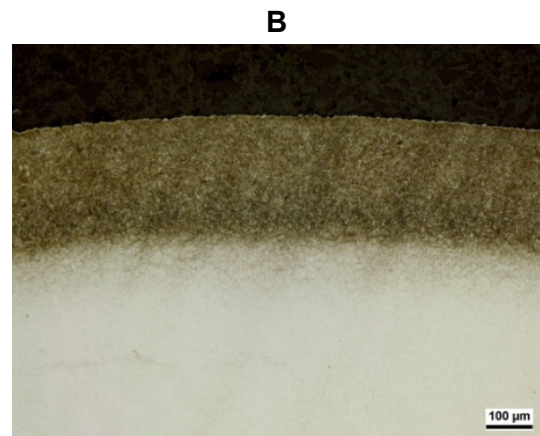
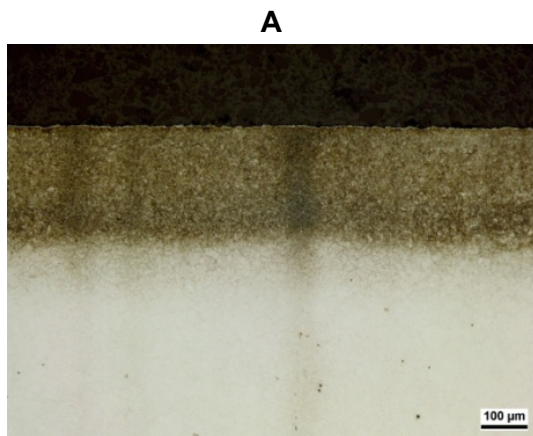
### 10.1. Metallografische Schliffe der Versuchswerkzeuge nach dem Nitrieren

Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$



*Variante 1: Obergesenk Übersicht*

Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$

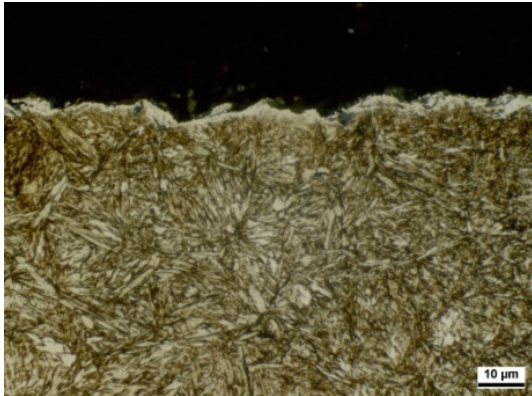


*Variante 1: Obergesenk 100:1*

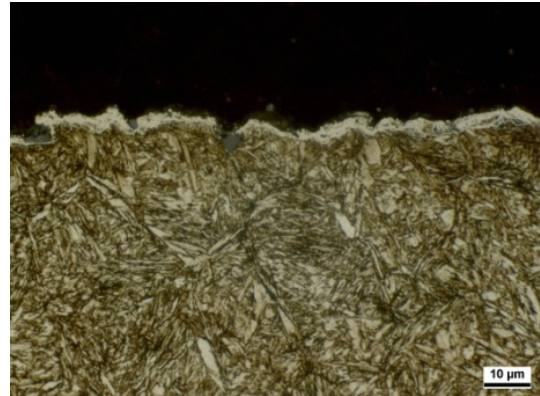


Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$

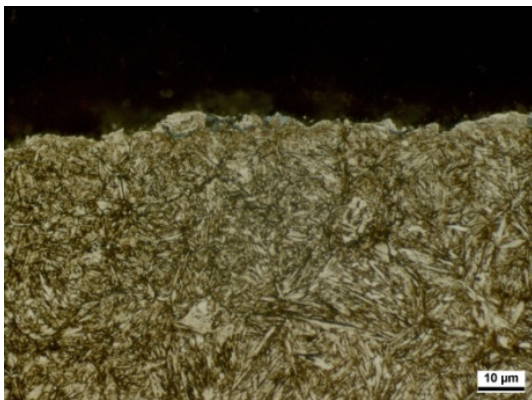
**A**



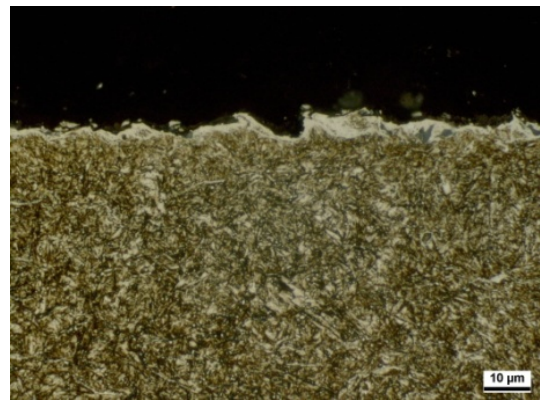
**B**



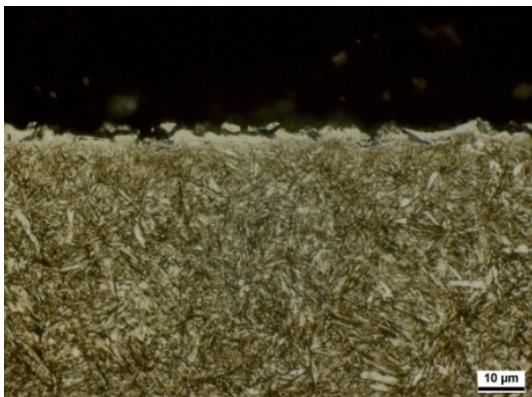
**C**



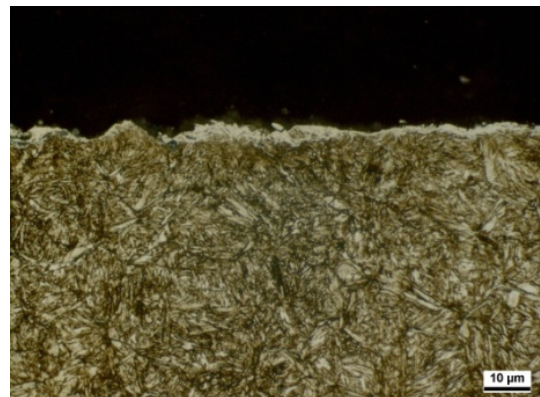
**D**



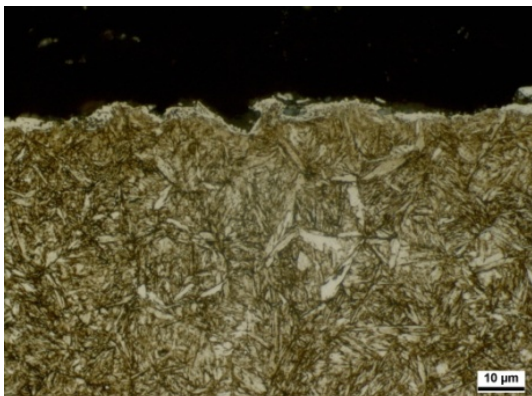
**E**



**F**

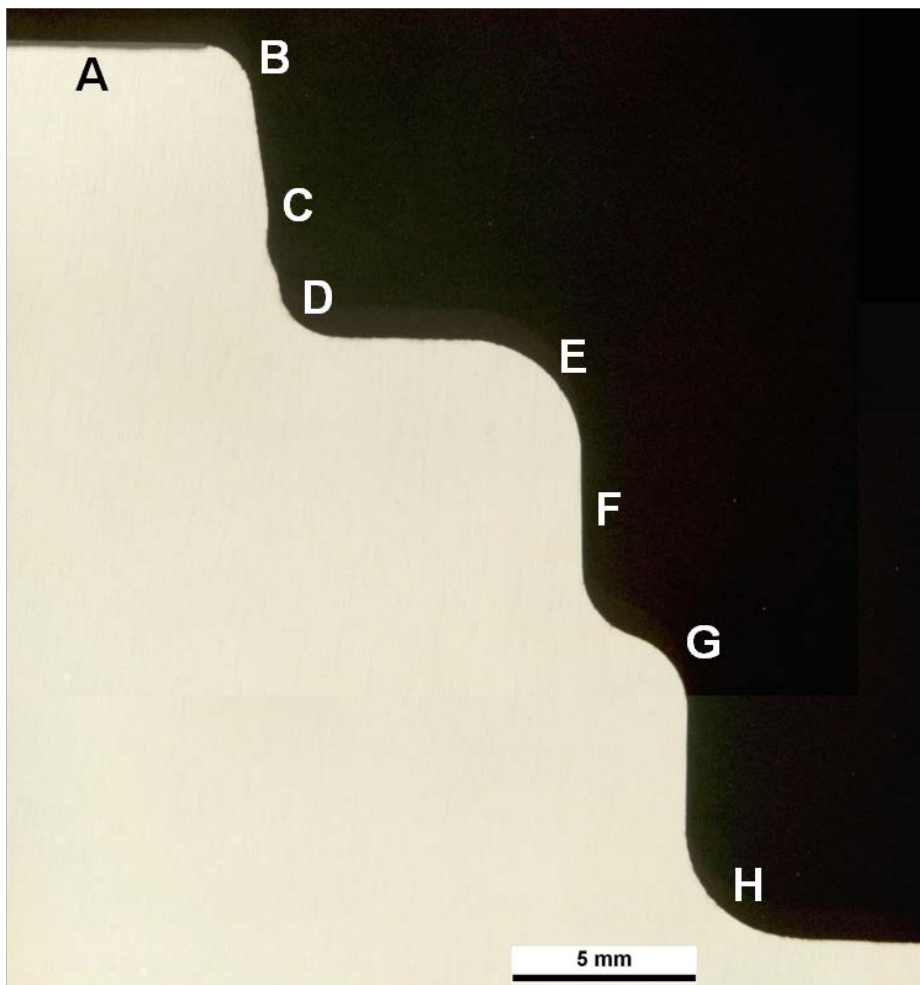


**H**



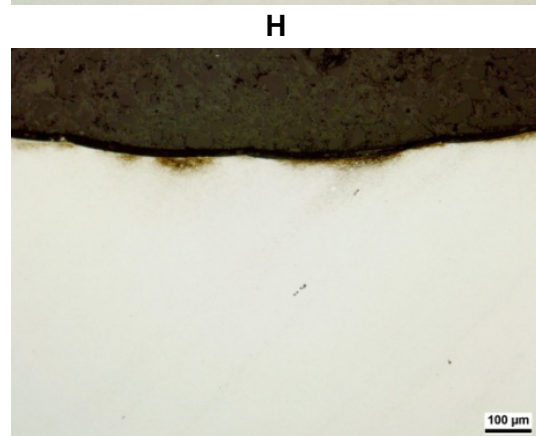
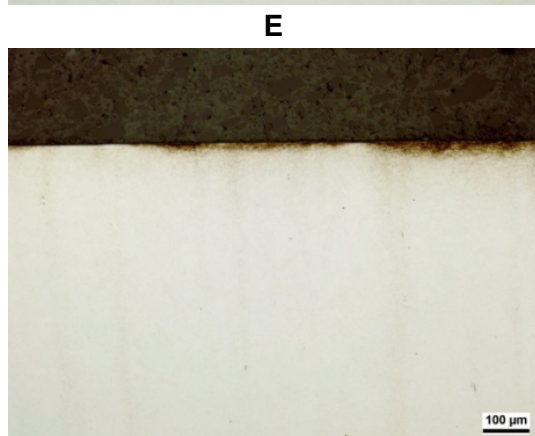
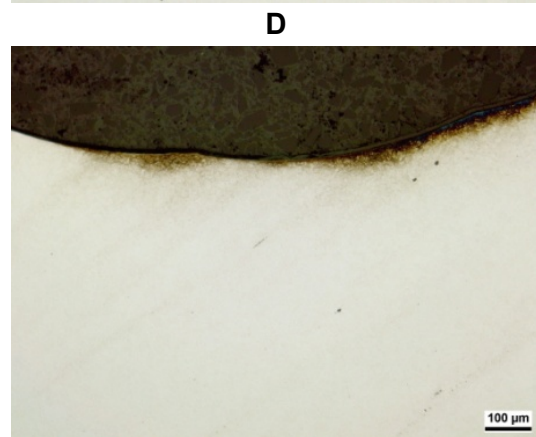
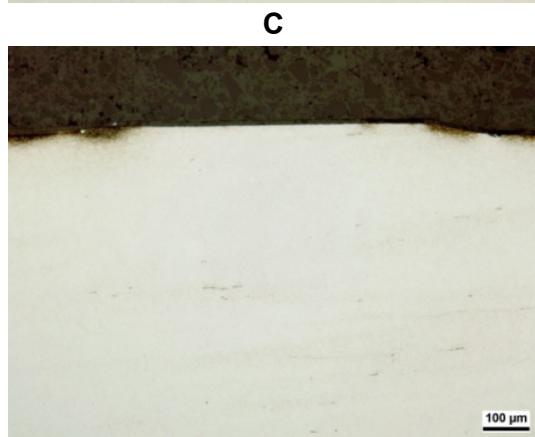
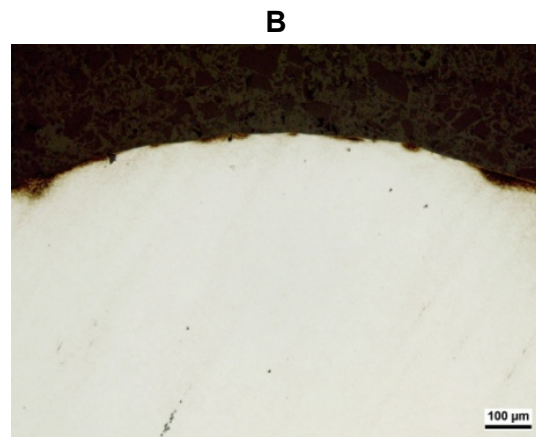
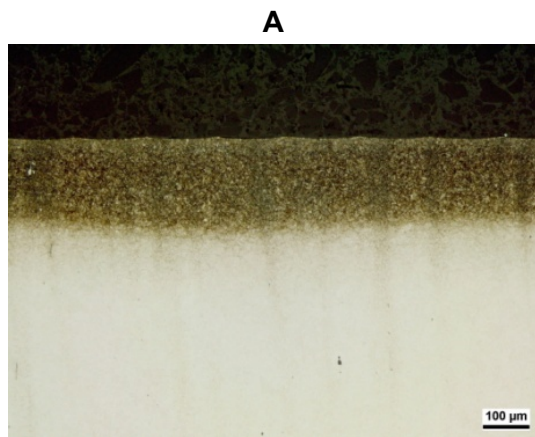
*Variante 1: Obergesenk 1000:1*

Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$



*Variante 1: Untergesenk Übersicht*

Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$

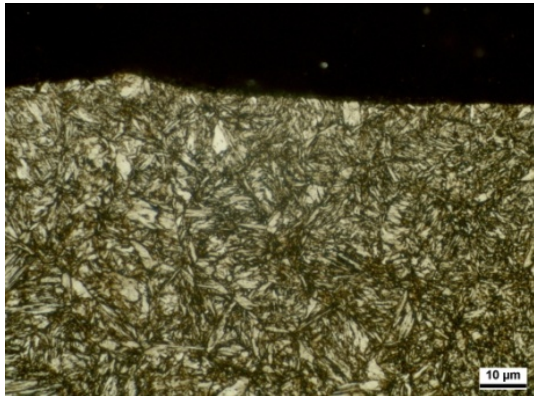


*Variante 1: Untergesenk 100:1*

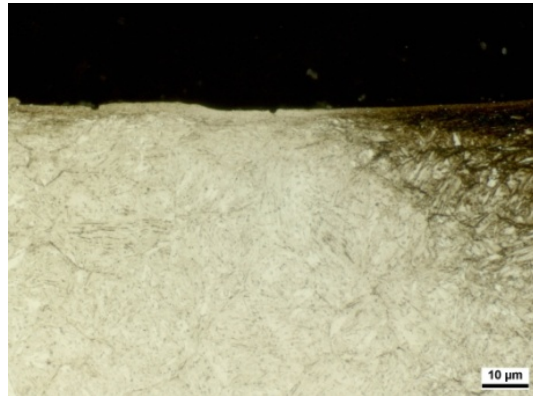


Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$

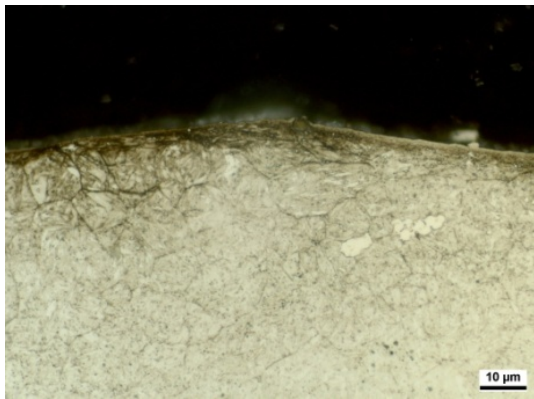
A



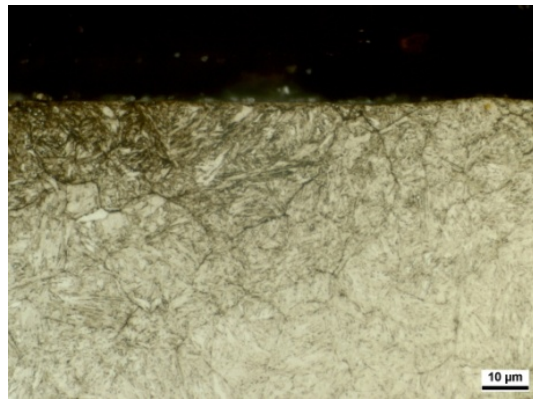
B



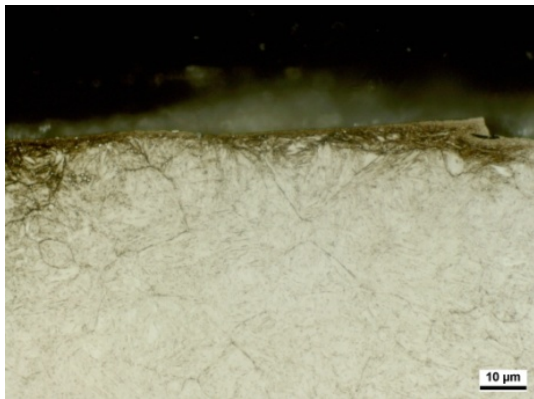
C



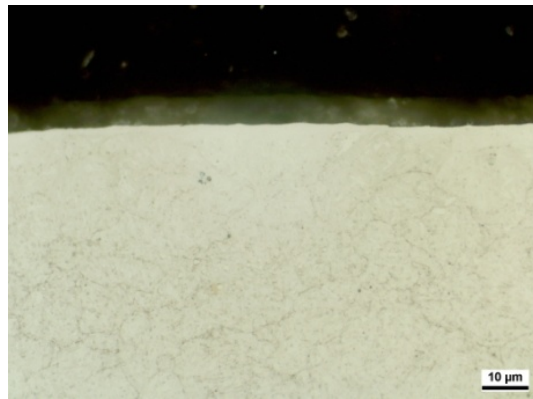
D



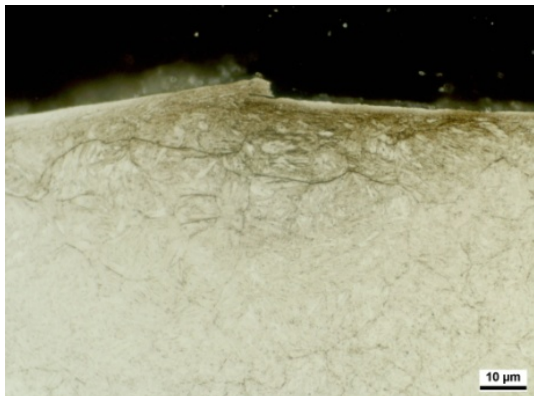
E



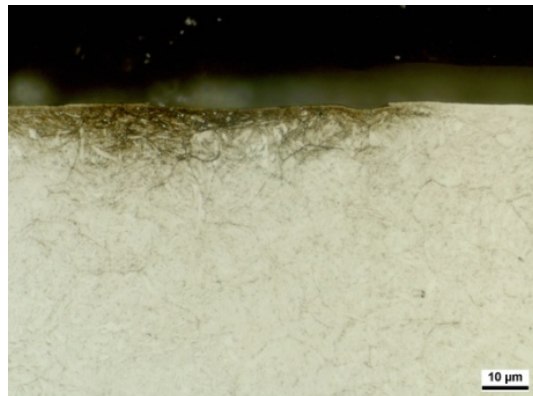
F



G

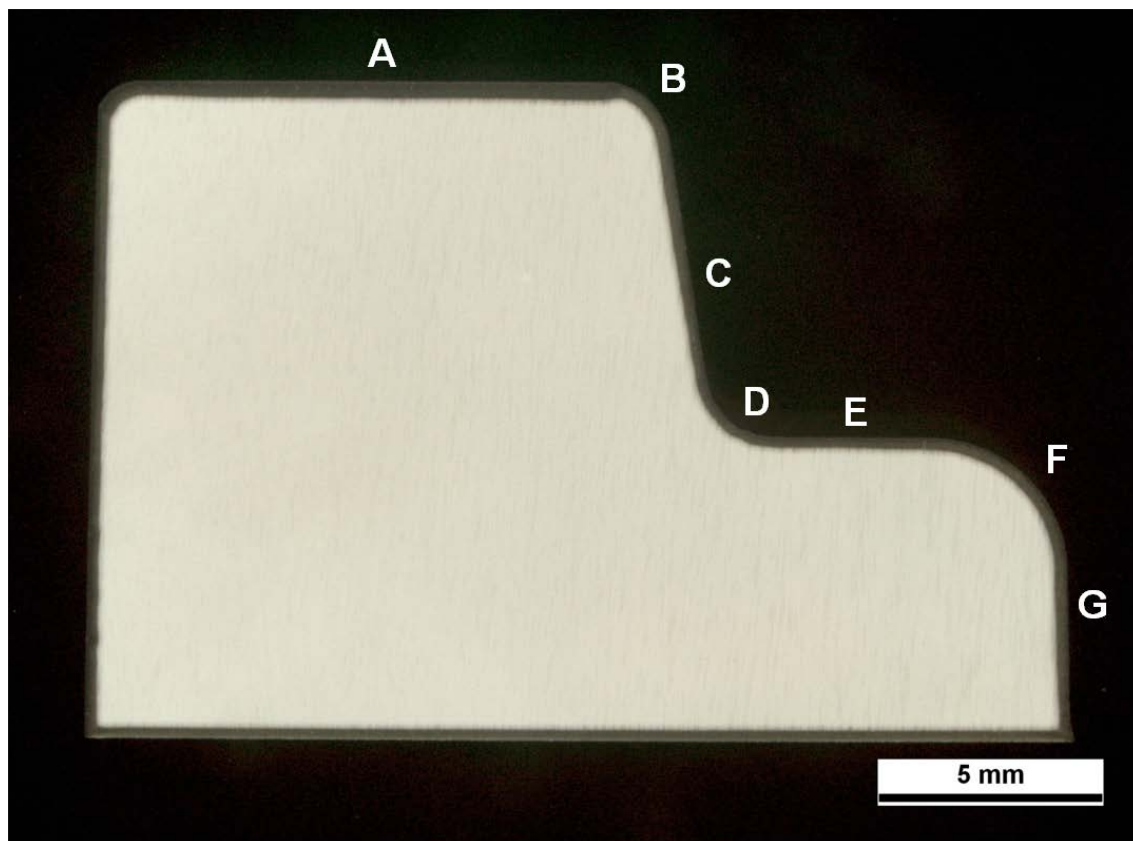


H



*Variante 1: Untergesenk 1000:1*

Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$  (inkl. Aktivierung im Plasma)

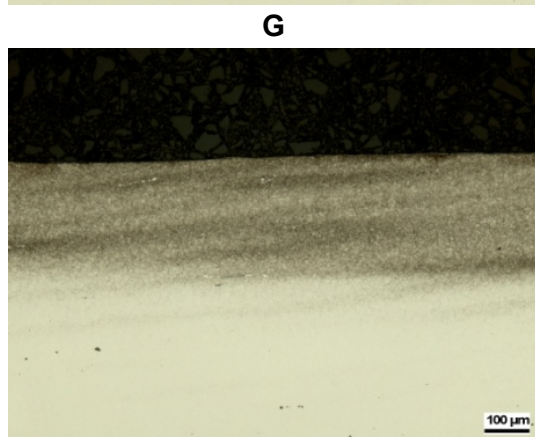
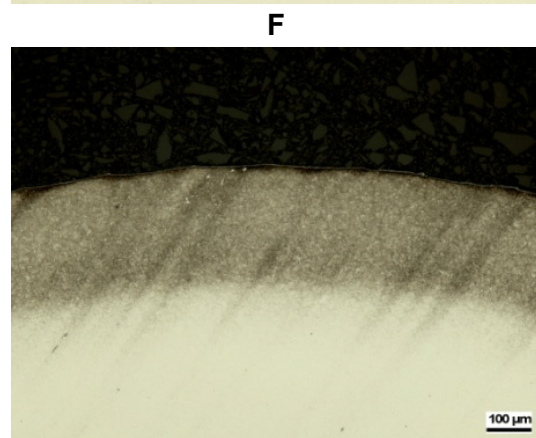
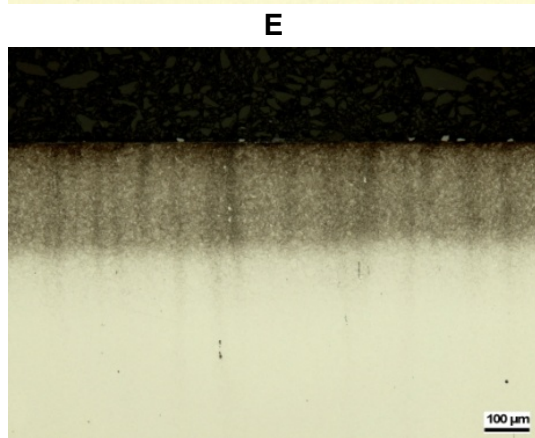
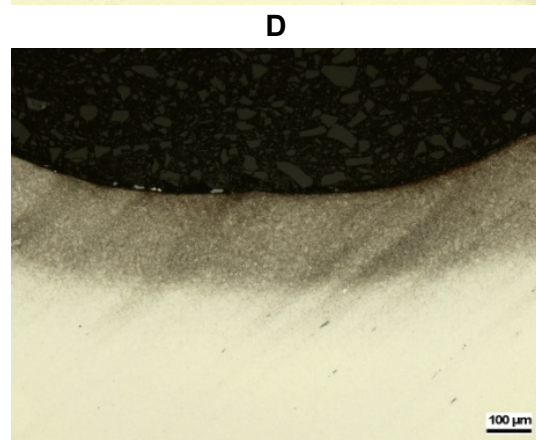
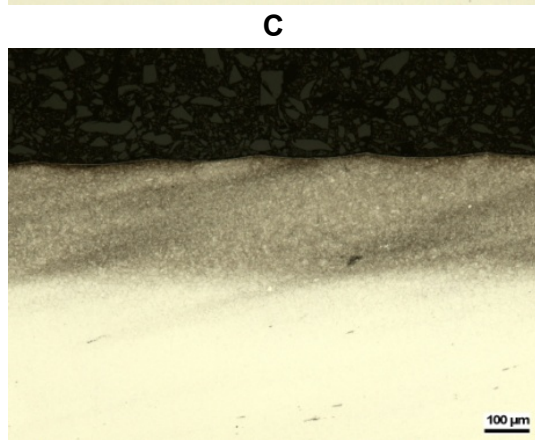
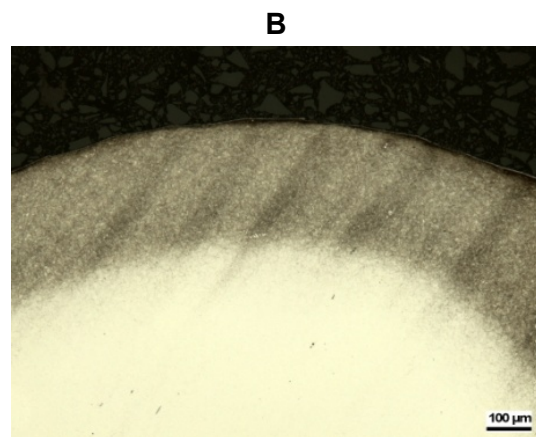
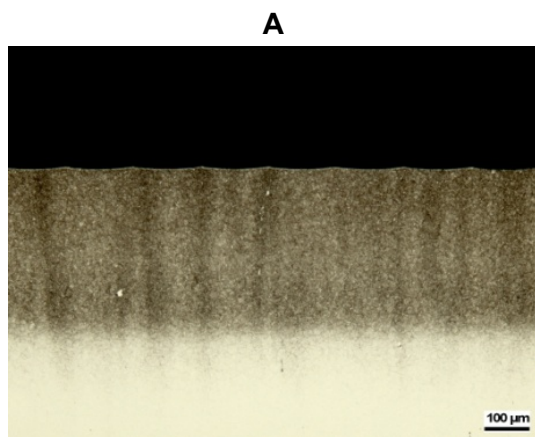


*Variante 1: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	1,8	1,3	2,0
B	0,8	0,7	1,6
C	0,7	0,7	0,7
D	0,0	0,0	0,0
E	0,5	0,3	0,7
F	0,9	0,7	1,3
G	0,6	0,3	1,3

*Variante 1: Untergesenk Verbindungsschicht*

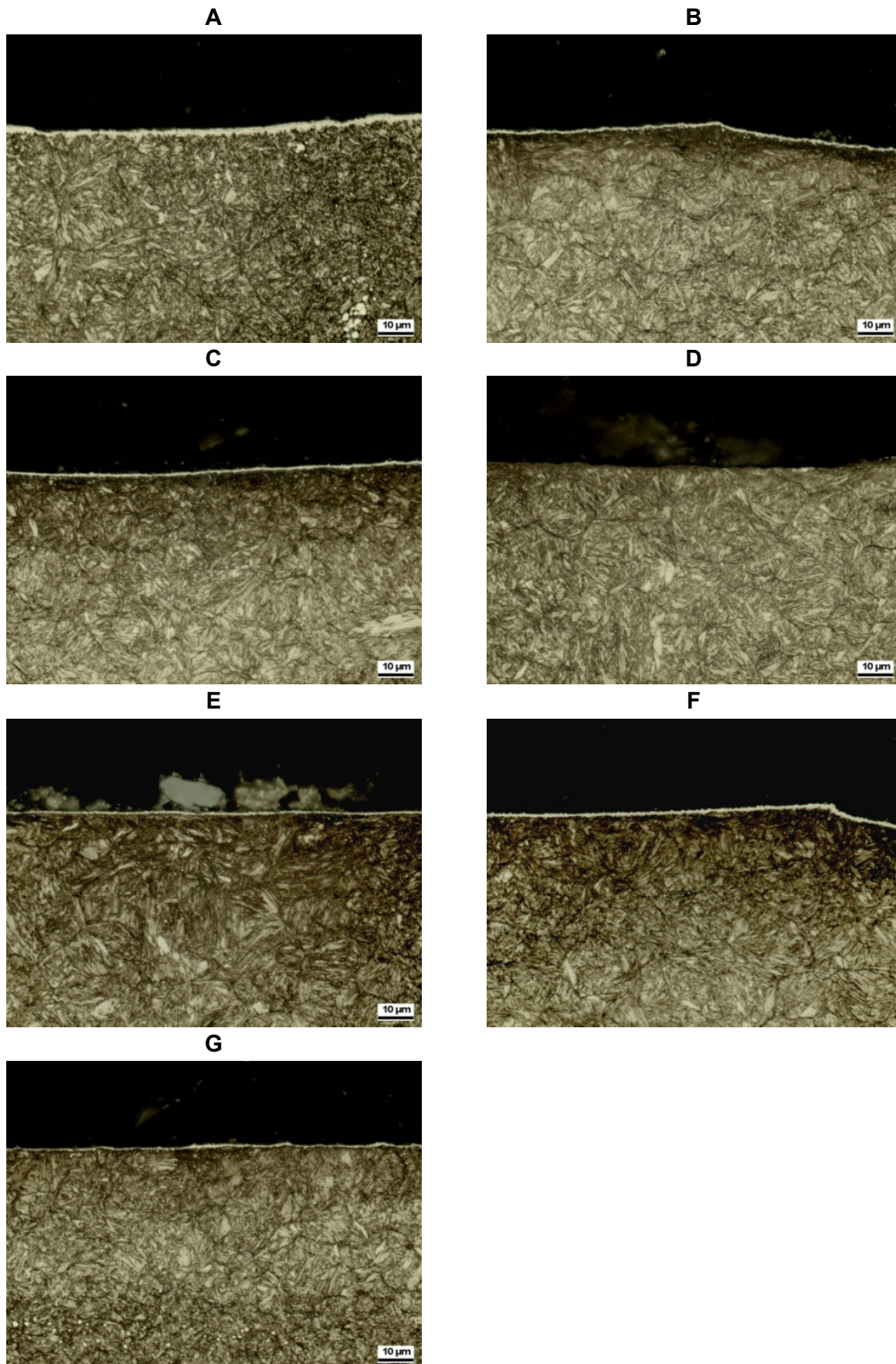
Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$



*Variante 1: Untergesenk 100:1*

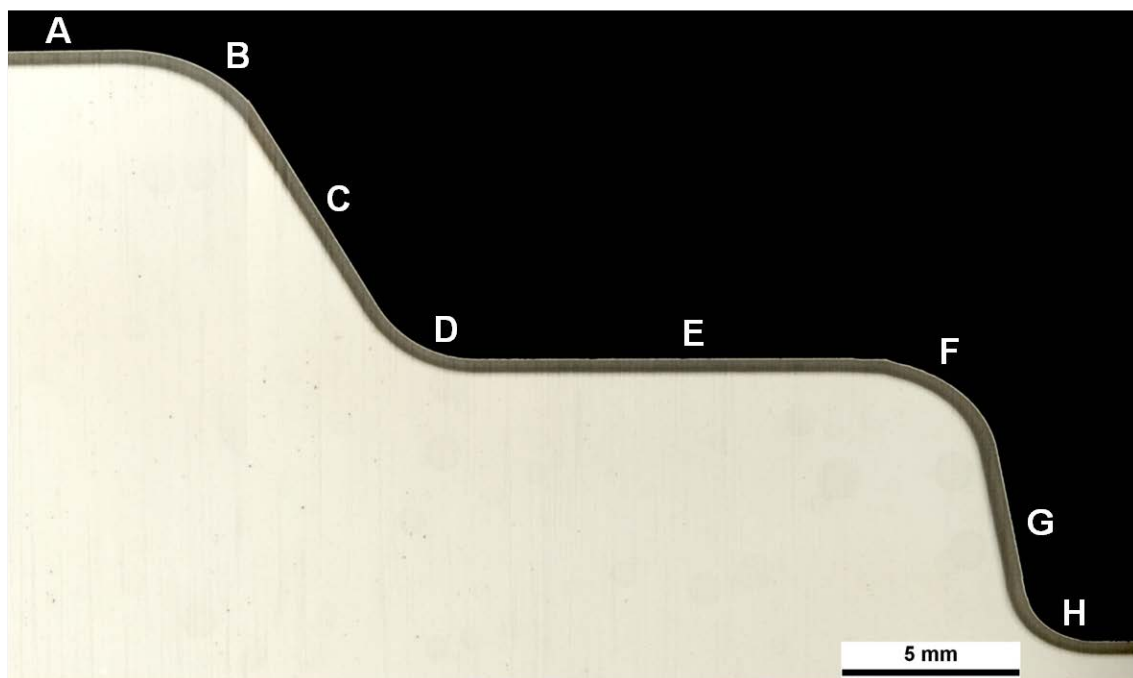


Variante 1: Gasnitrieren 520 °C 90 h  $K_N=0,5$



*Variante 1: Untergesenk 1000:1*

Variante 2: Gasnitrieren 520 °C 120 h  $K_N=3$



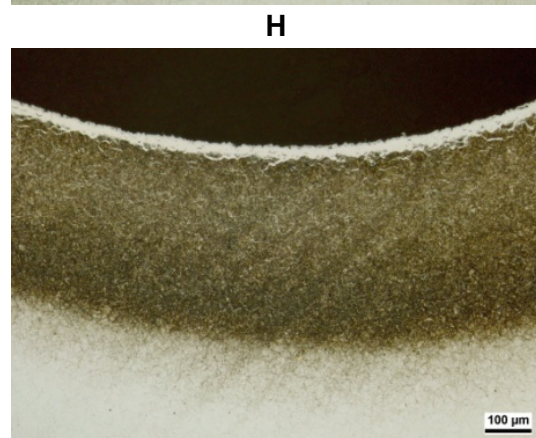
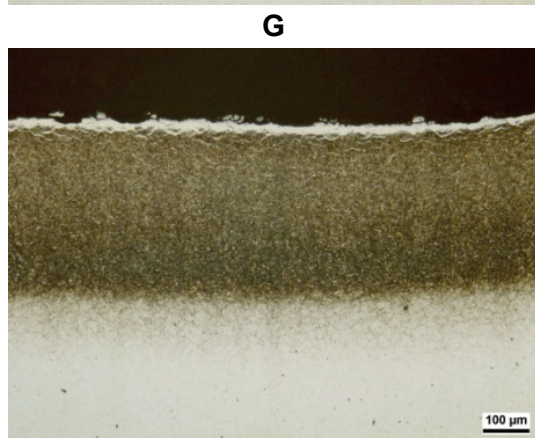
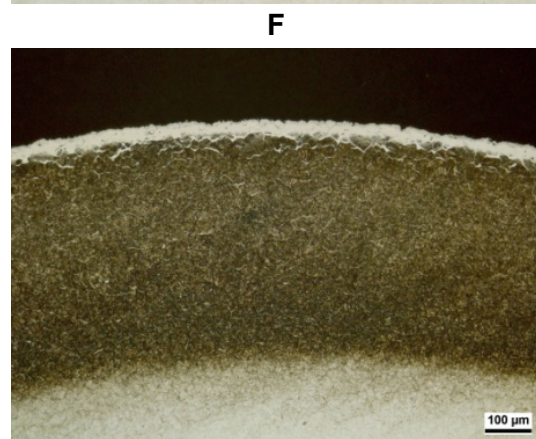
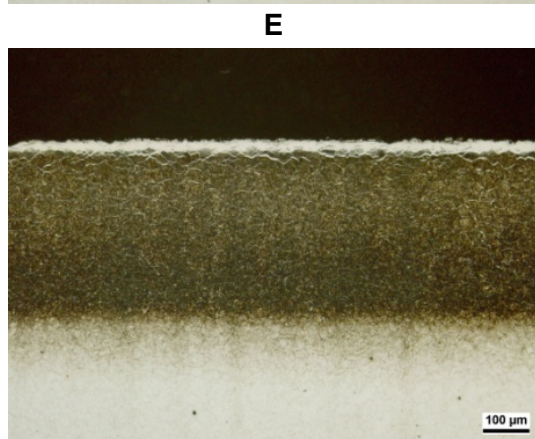
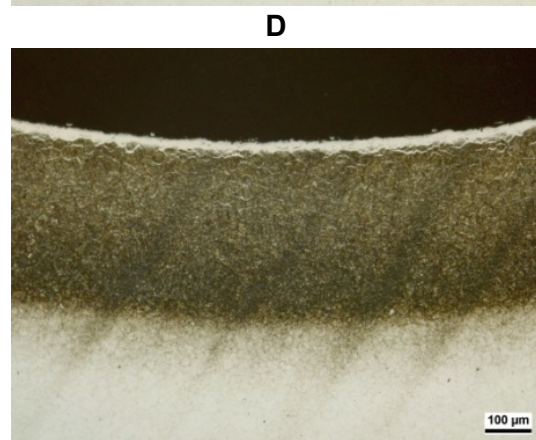
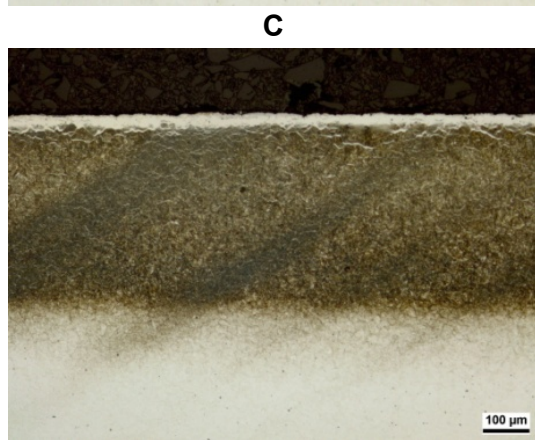
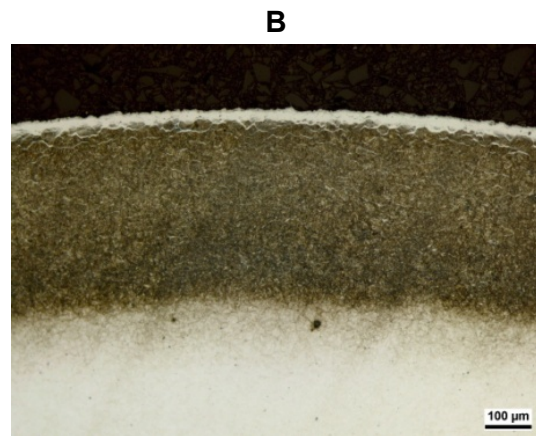
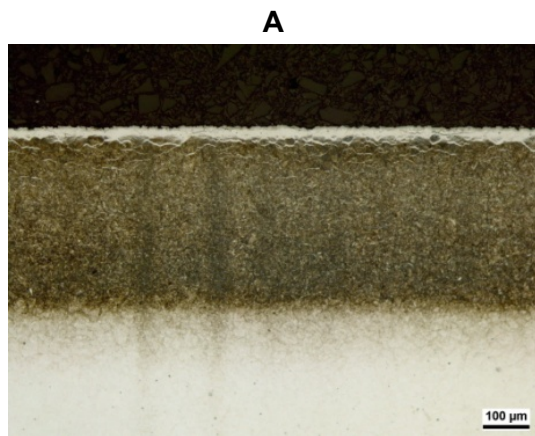
*Variante 2: Obergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	23,6	20,0	29,1	6,3	3,6	9,1
B	24,3	16,8	29,1	4,9	2,7	7,3
C	26,3	20,0	33,7	5,2	3,6	8,2
D	26,4	21,4	30,9	5,6	3,6	9,1
E	23,6	16,4	30,0	5,9	3,6	8,2
F	30,6	24,6	41,0	7,2	4,6	12,7
G	28,5	21,8	35,0	5,1	3,2	6,8

*Variante 2: Obergesenk Verbindungsschichtdicke*



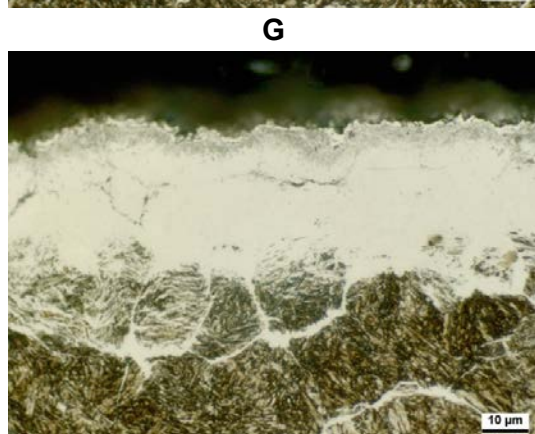
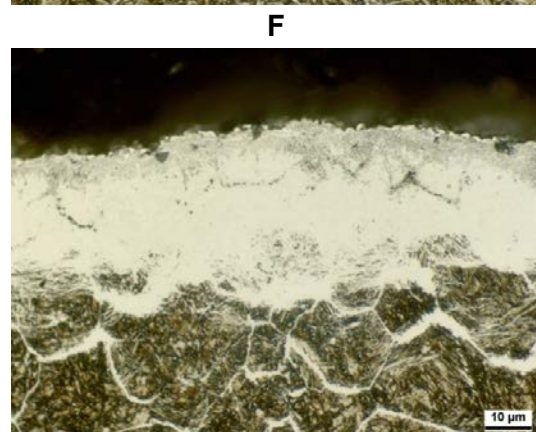
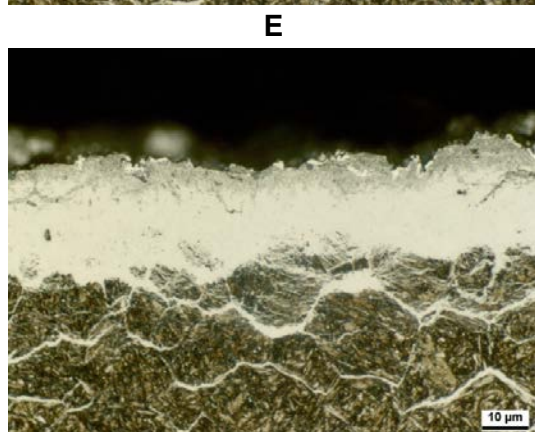
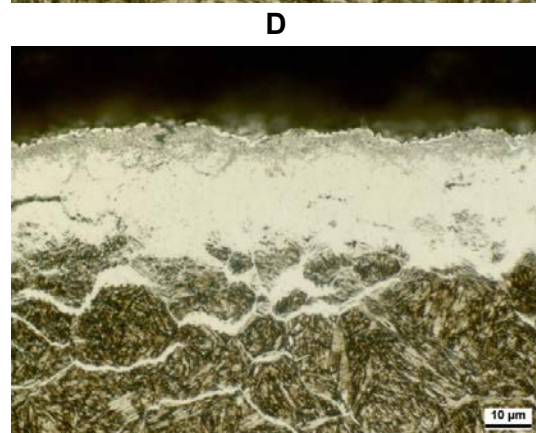
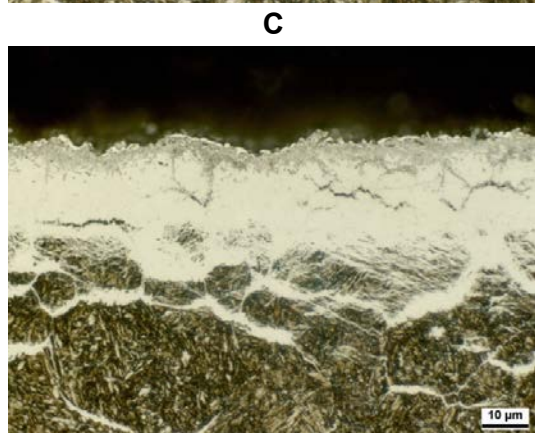
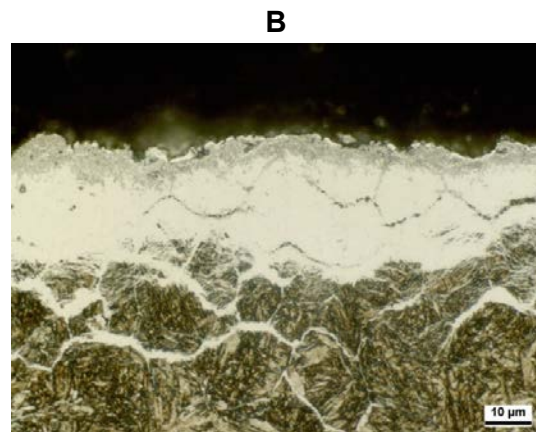
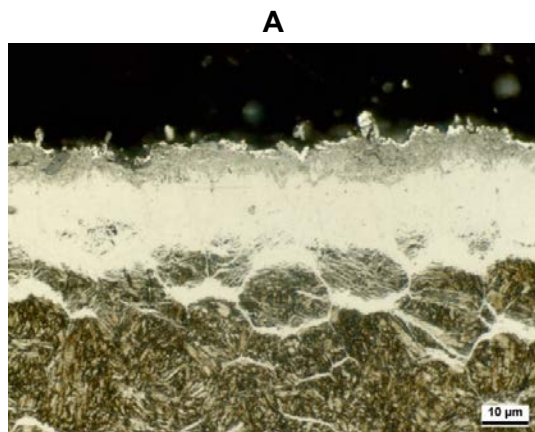
Variante 2: Gasnitrieren 520 °C 120 h  $K_N=3$



*Variante 2: Obergesenk 100:1*

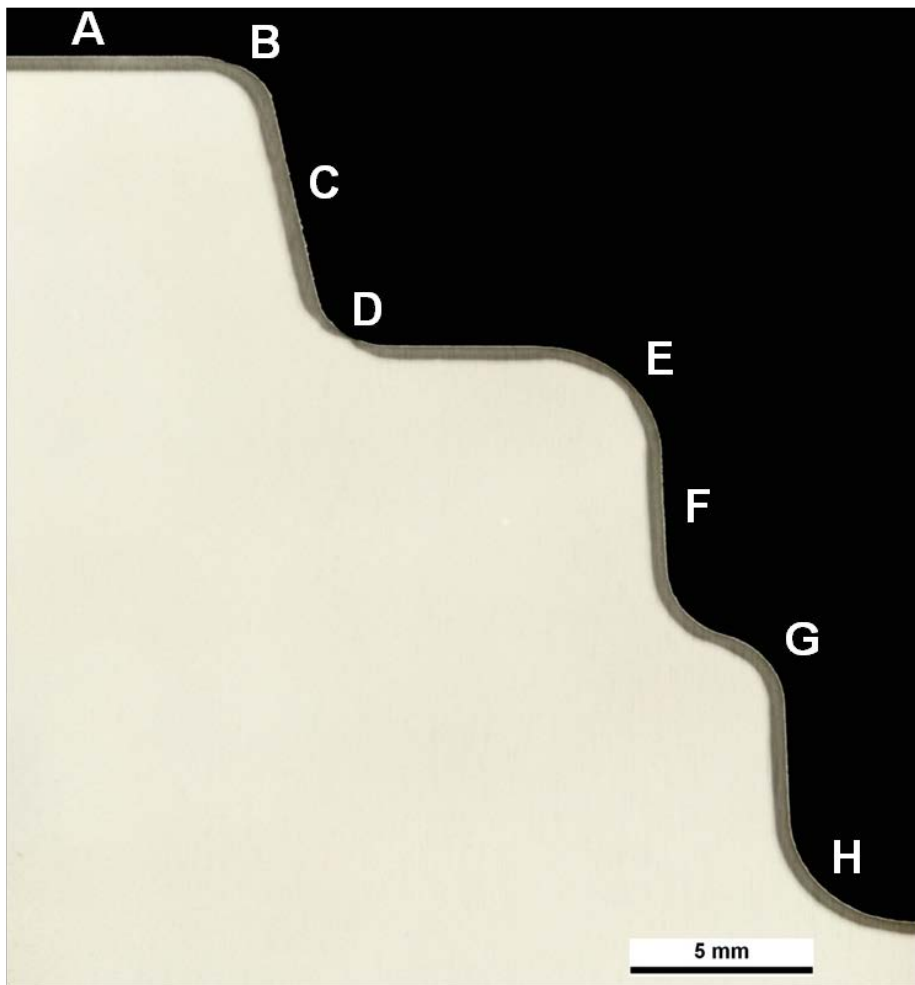


Variante 2: Gasnitrieren 520 °C 120 h  $K_N=3$



*Variante 2: Obergesenk 1000:1*

Variante 2: Gasnitrieren 520 °C 120 h  $K_N=3$



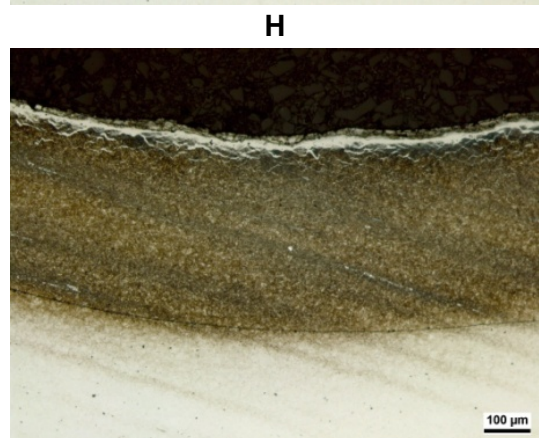
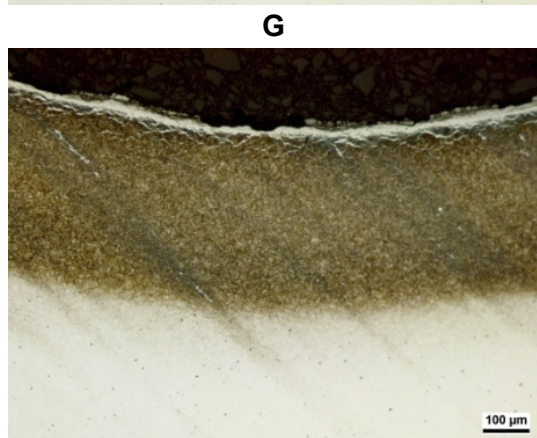
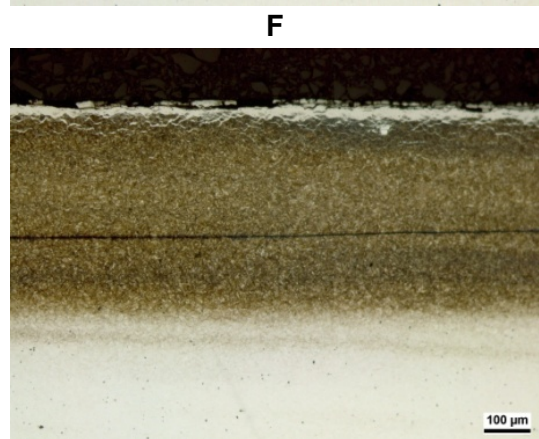
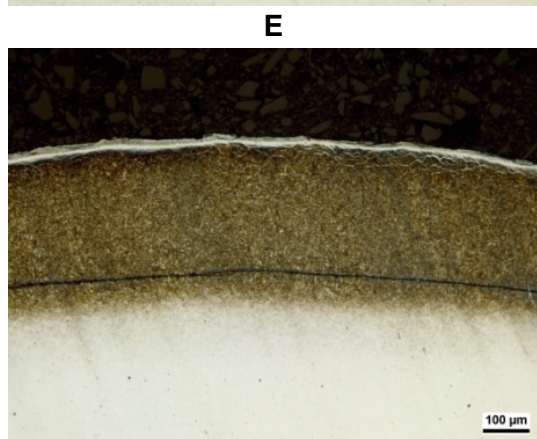
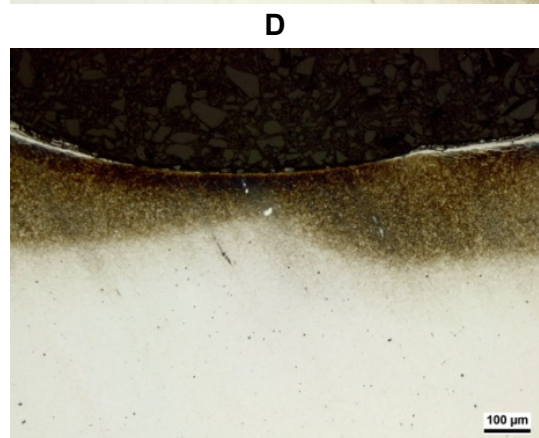
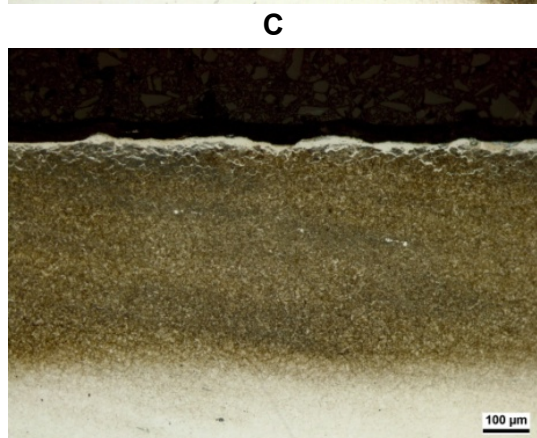
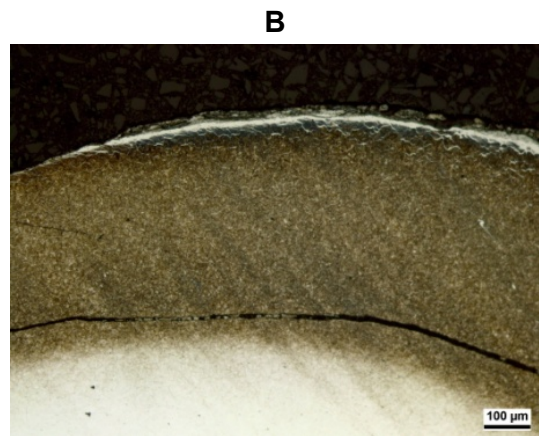
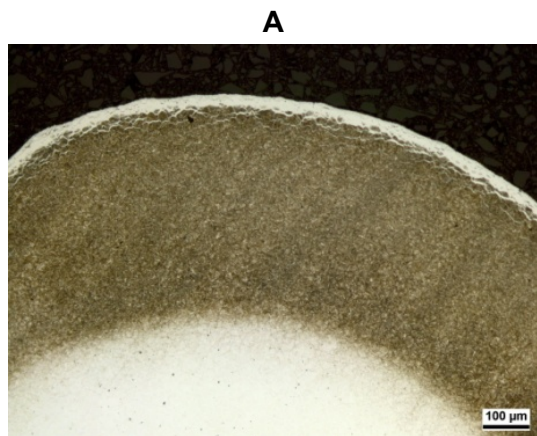
*Variante 2: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	18,2	15,5	22,8	6,0	3,6	9,1
B	25,6	22,8	28,2	12,6	10,9	15,0
C	16,3	10,9	21,8	3,5	2,7	4,6
D	0	0	0	0	0	0
E	17,4	11,8	23,7	7,5	3,6	12,3
H	27,6	24,1	30,9	5,9	3,6	9,1

*Variante 2: Untergesenk Verbindungsschichtdicke*



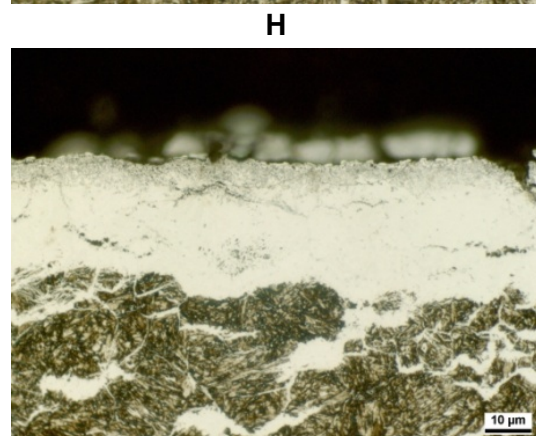
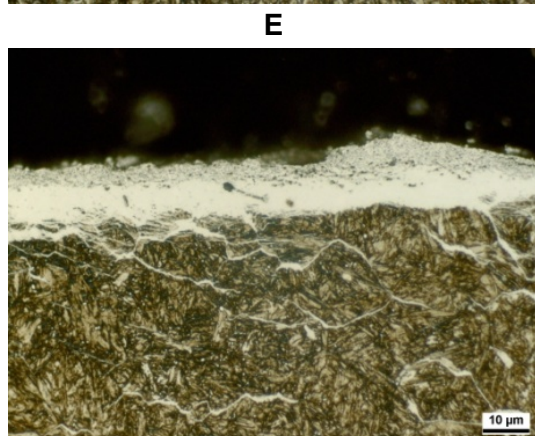
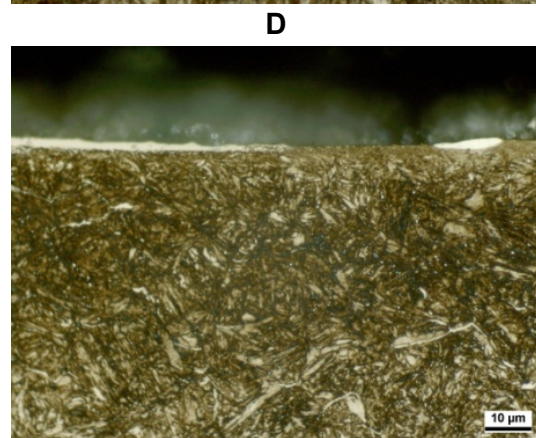
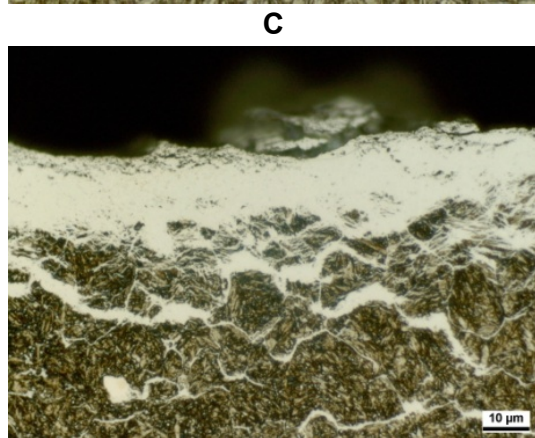
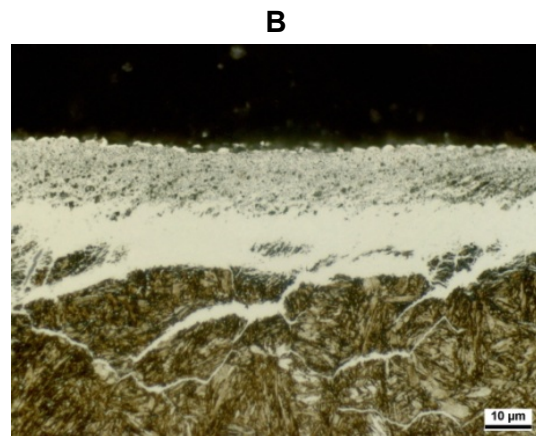
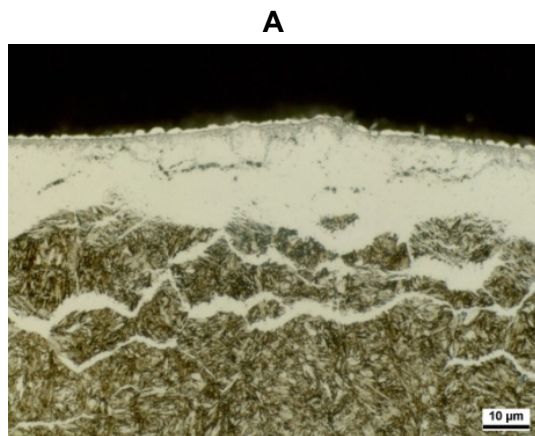
Variante 2: Gasnitrieren 520 °C 120 h  $K_N=3$



*Variante 2: Untergesenk 100:1*

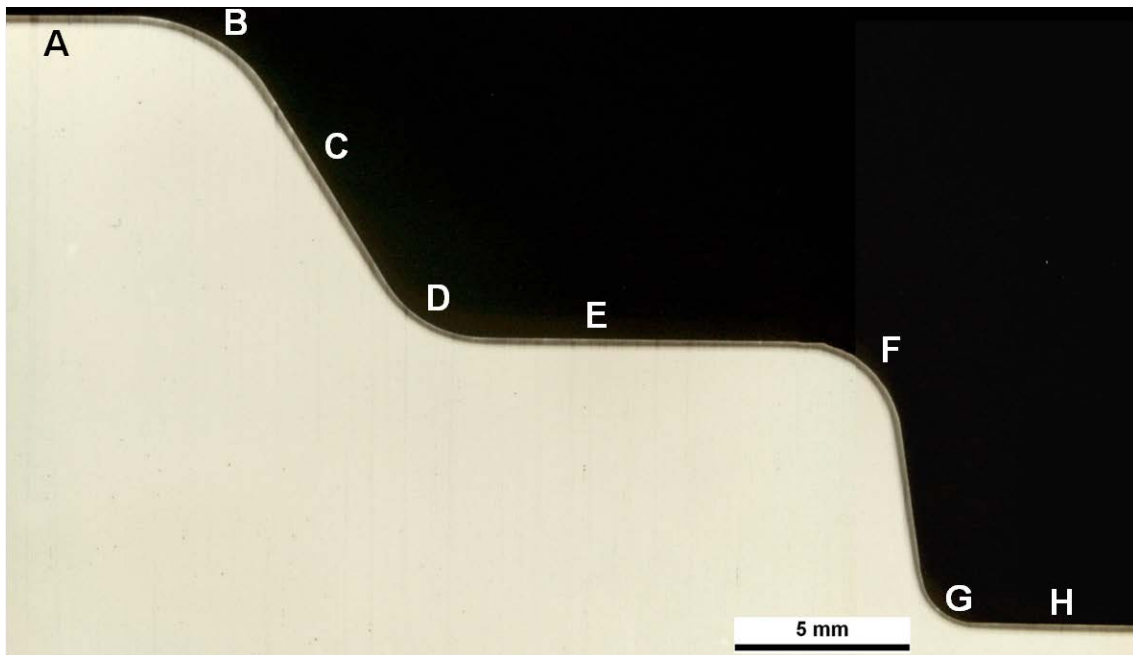


Variante 2: Gasnitrieren 520 °C 120 h  $K_N=3$



*Variante 2: Untergesenk 1000:1*

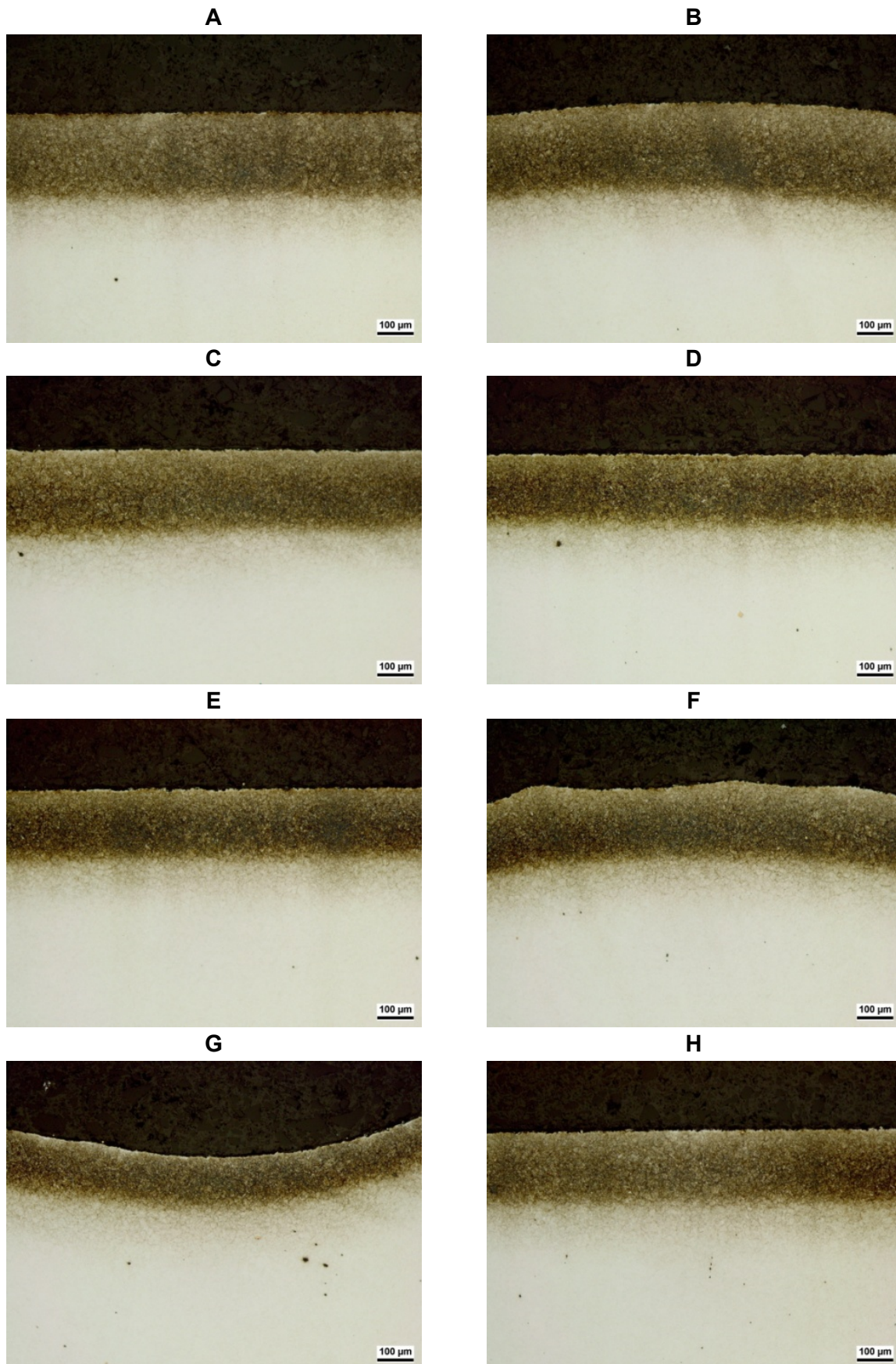
Variante 3: Plasmanitrieren 520 °C 150 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=1:8



*Variante 3: Obergesenk Übersicht*



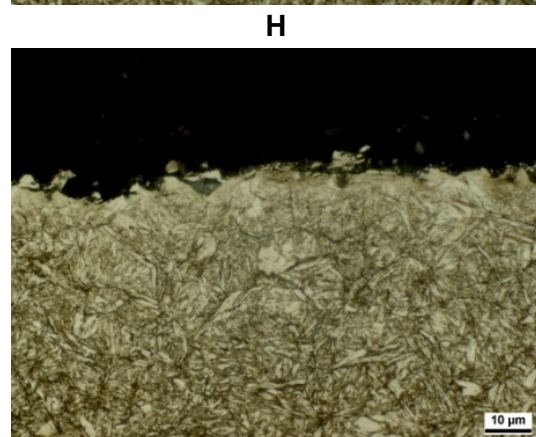
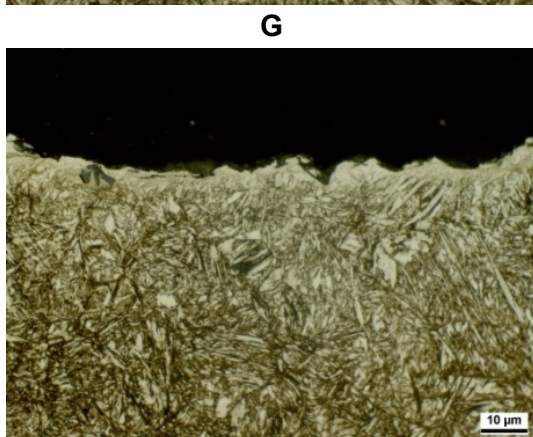
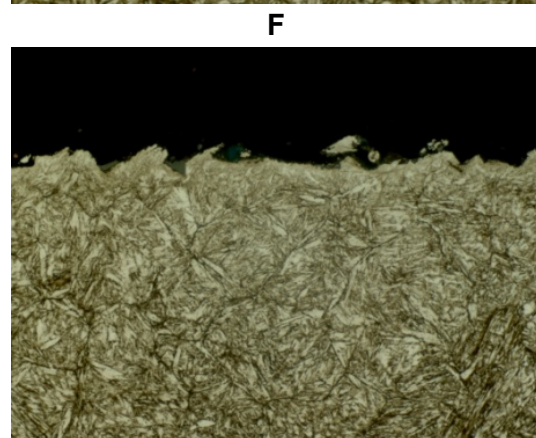
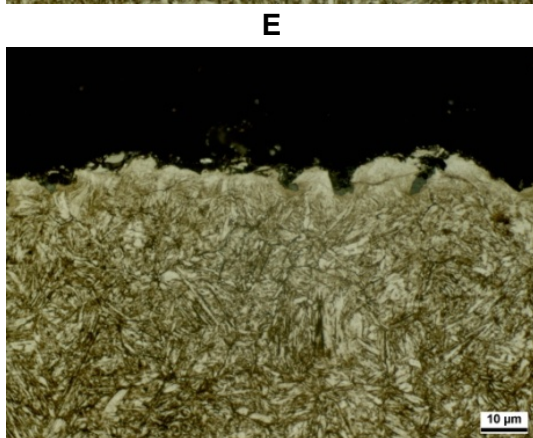
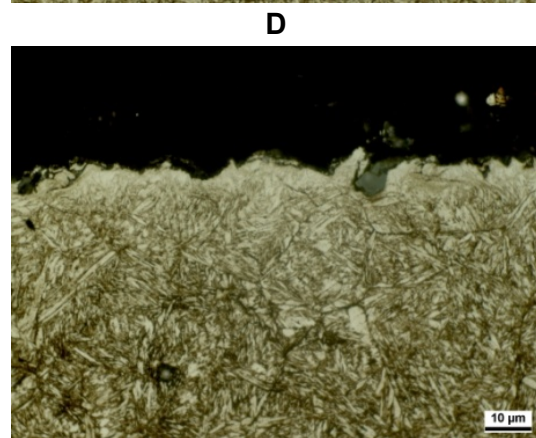
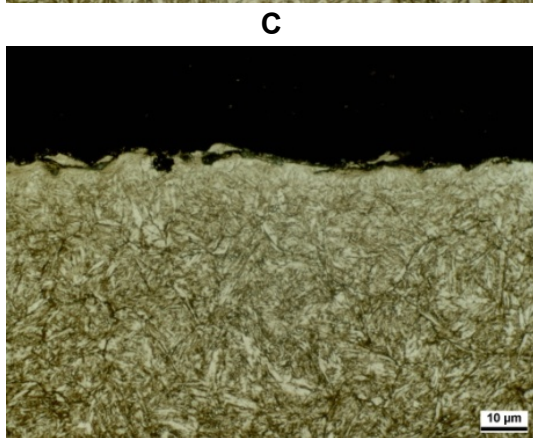
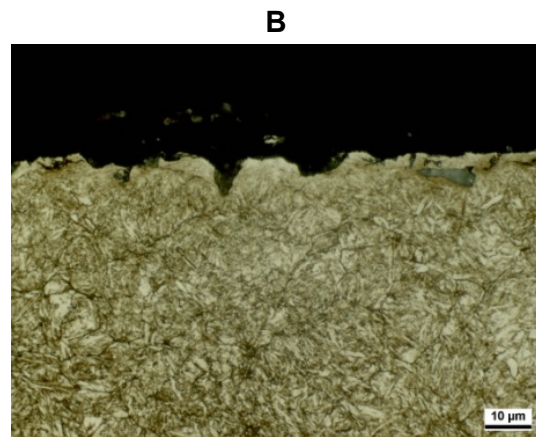
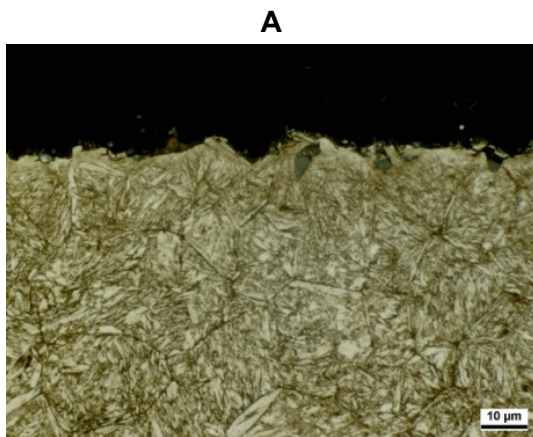
Variante 3: Plasmanitrieren 520 °C 150 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=1:8



*Variante 3: Obergesenk 100:1*

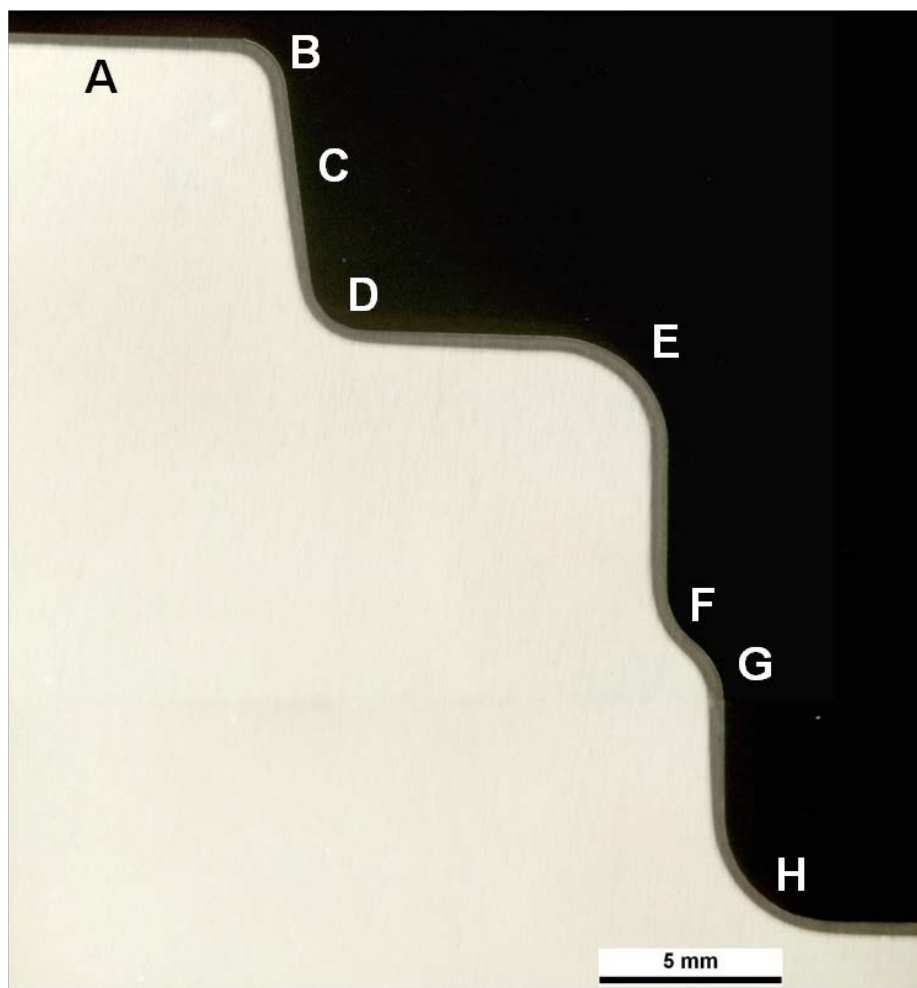


Variante 3: Plasmanitrieren 520 °C 150 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=1:8



*Variante 3: Obergesenk 1000:1*

Variante 3: Plasmanitrieren 520 °C 150 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=1:8



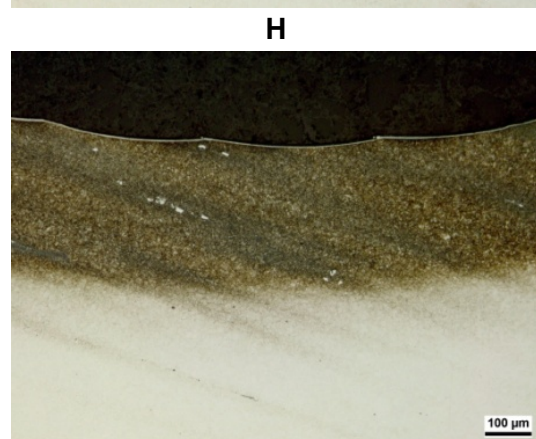
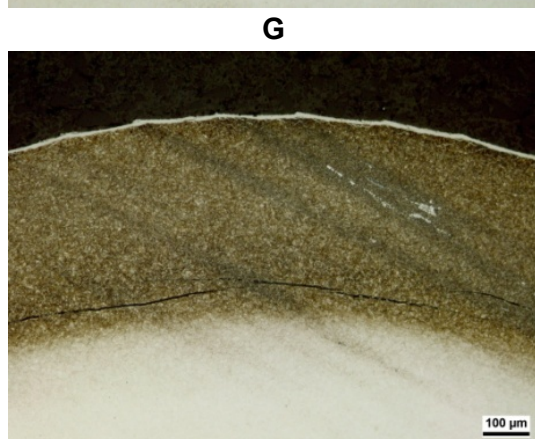
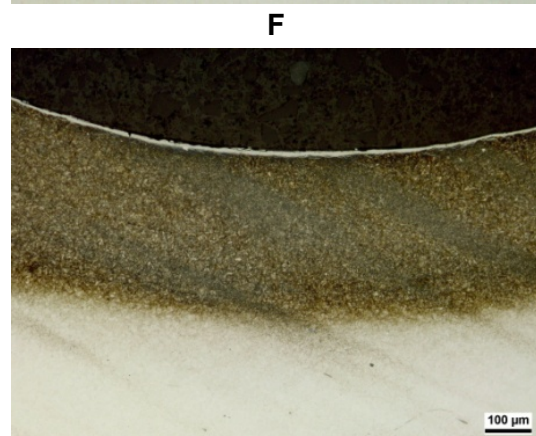
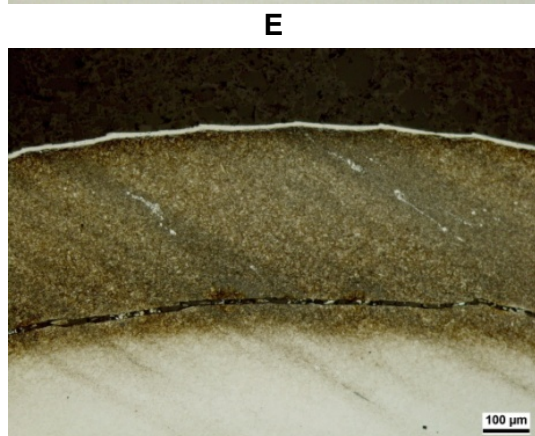
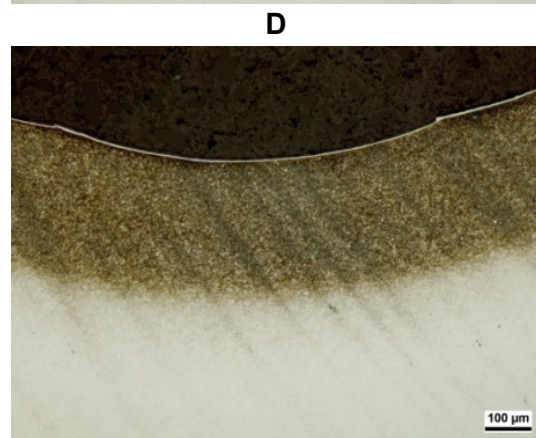
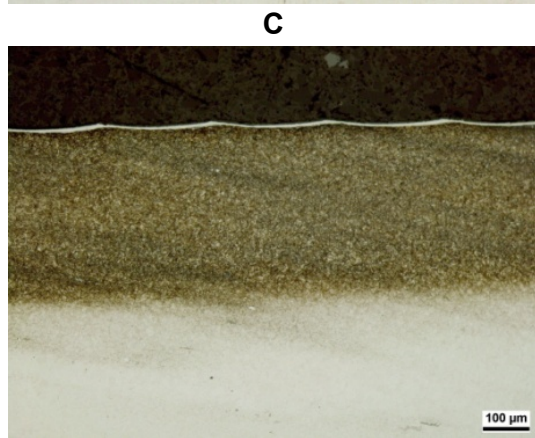
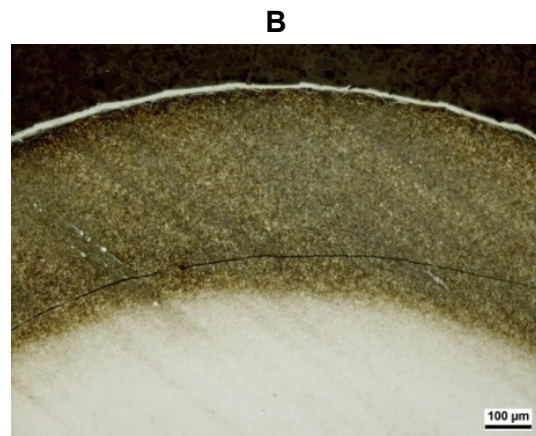
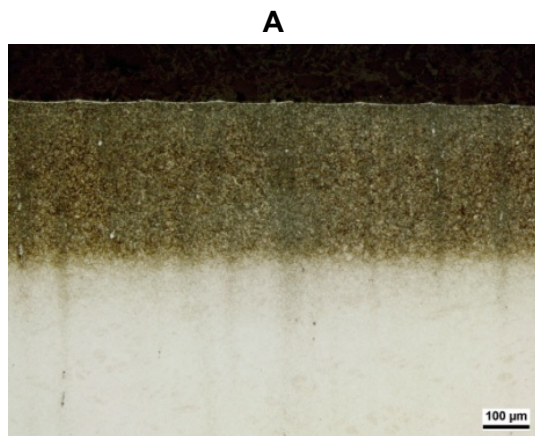
*Variante 3: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	3,1	1,8	4,6	0	0	0
B	10,9	7,3	13,7	0	0	0
C	3,6	2,7	4,6	0	0	0
D	2,6	1,8	2,7	0	0	0
D-E	7,2	5,9	8,2	0	0	0
G	13,0	10,9	15,0	2,9	1,4	4,5
H	1,9	1,8	2,3	0	0	0

*Variante 3: Untergesenk Verbindungsschicht*



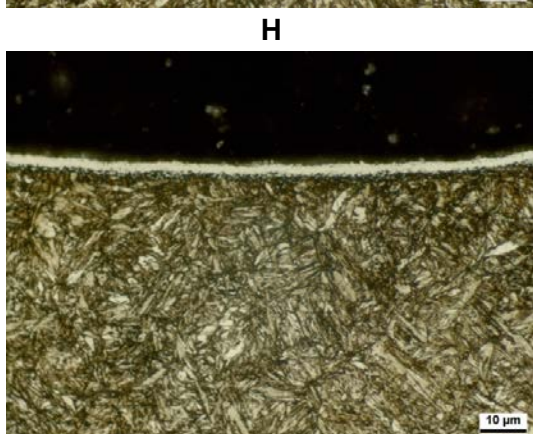
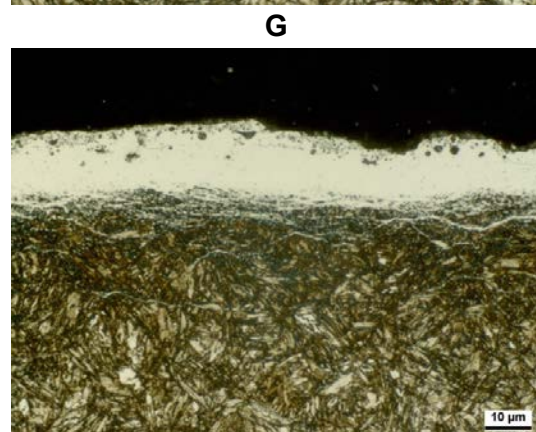
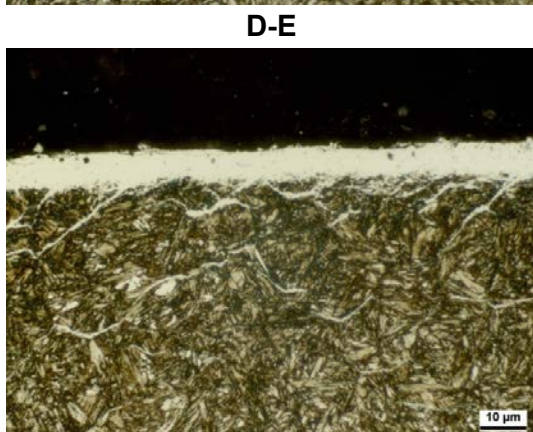
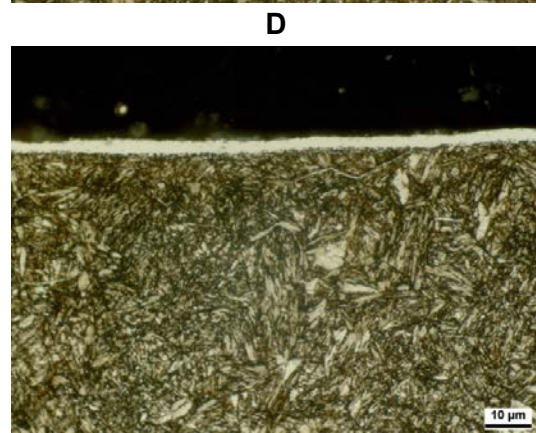
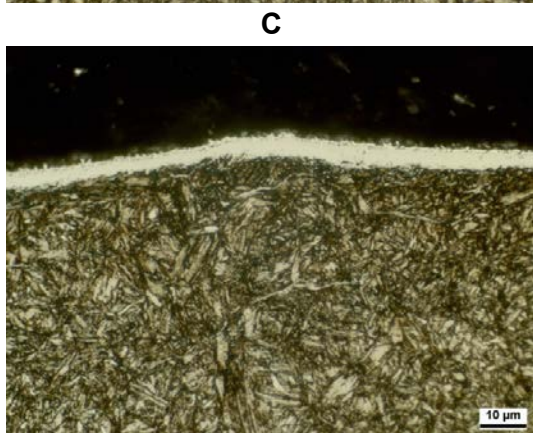
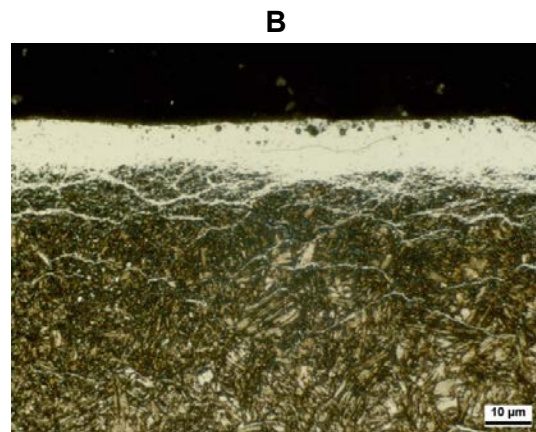
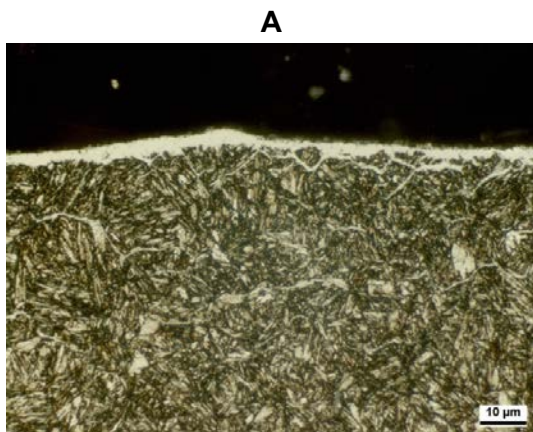
Variante 3: Plasmanitrieren 520 °C 150 h  $N_2:H_2=1:8$



*Variante 3: Untergesenk 100:1*

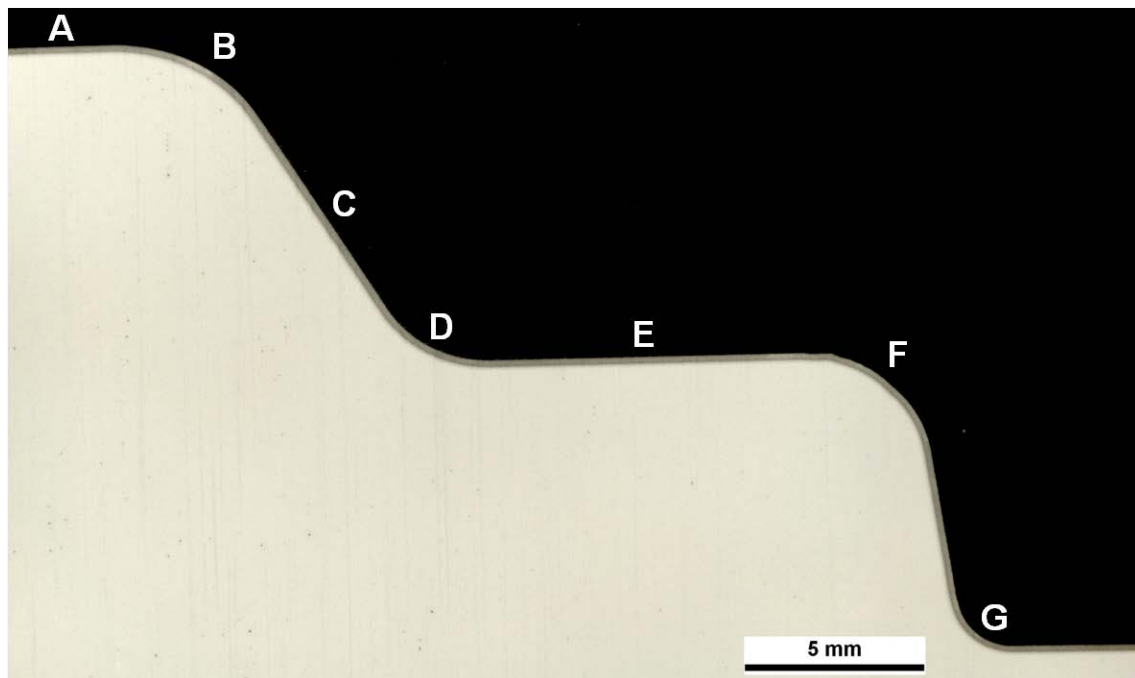


Variante 3: Plasmanitrieren 520 °C 150 h  $N_2:H_2=1:8$



*Variante 3: Untergesenk 1000:1*

Variante 4: Plasmanitrieren 520 °C 25 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



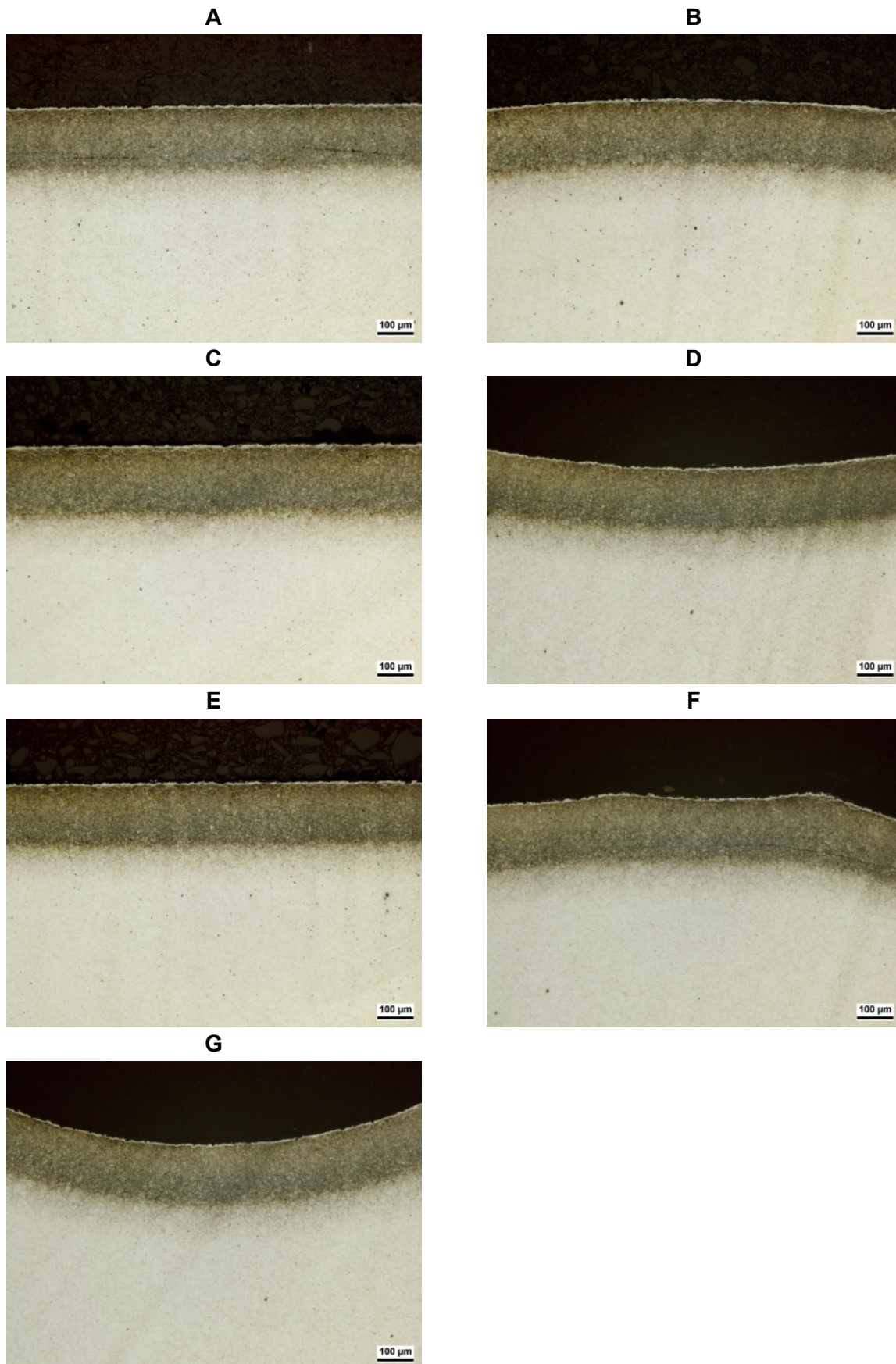
*Variante 4: Obergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	5,7	3,6	7,3
B	6,7	3,6	10,9
C	5,7	3,6	7,3
D	4,7	2,7	7,3
E	5,5	3,6	9,6
F	5,5	3,6	8,2
G	4,6	2,7	7,3

*Variante 4: Obergesenk Verbindungsschicht*

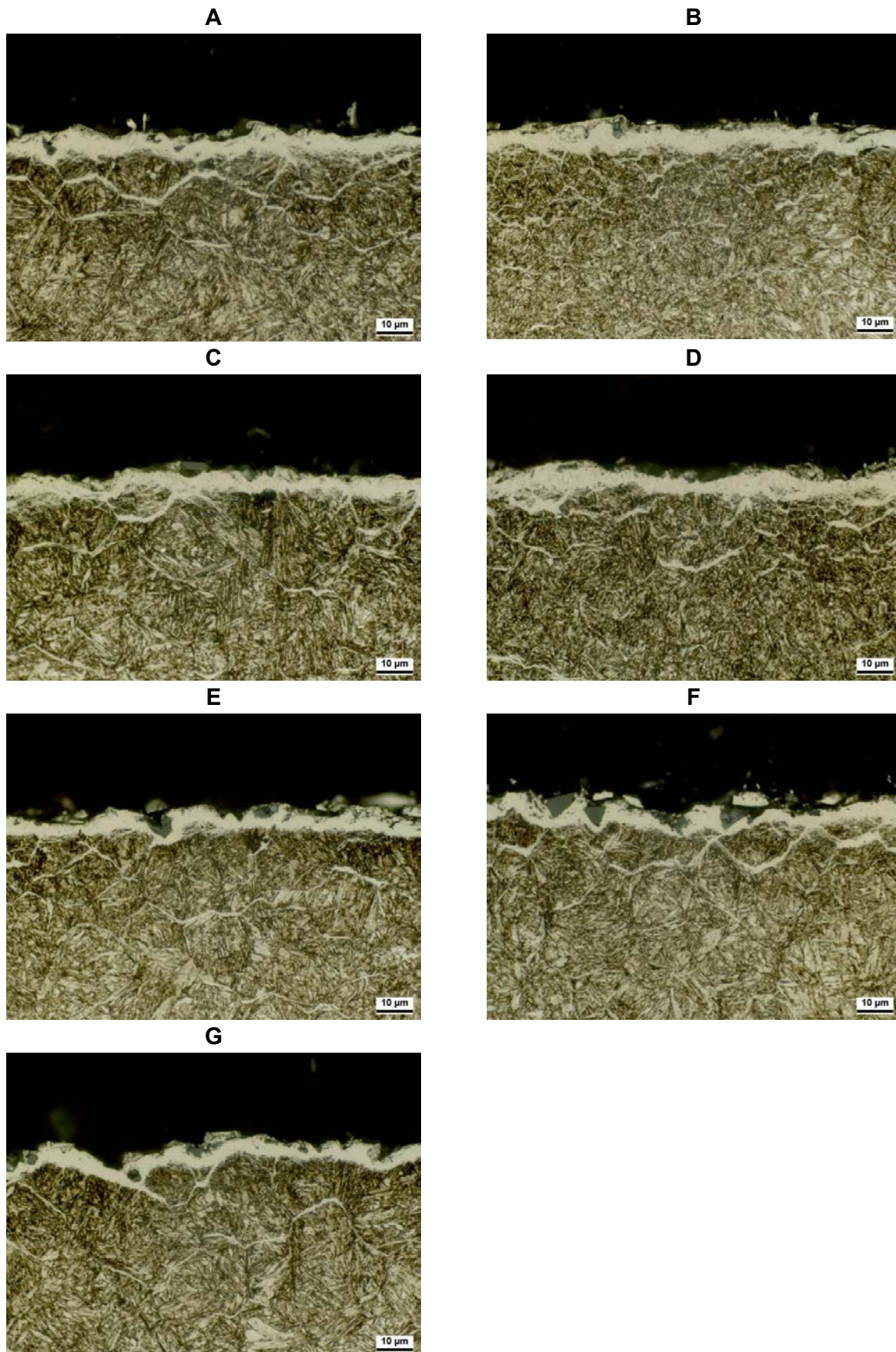


Variante 4: Plasmanitrieren 520 °C 25 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



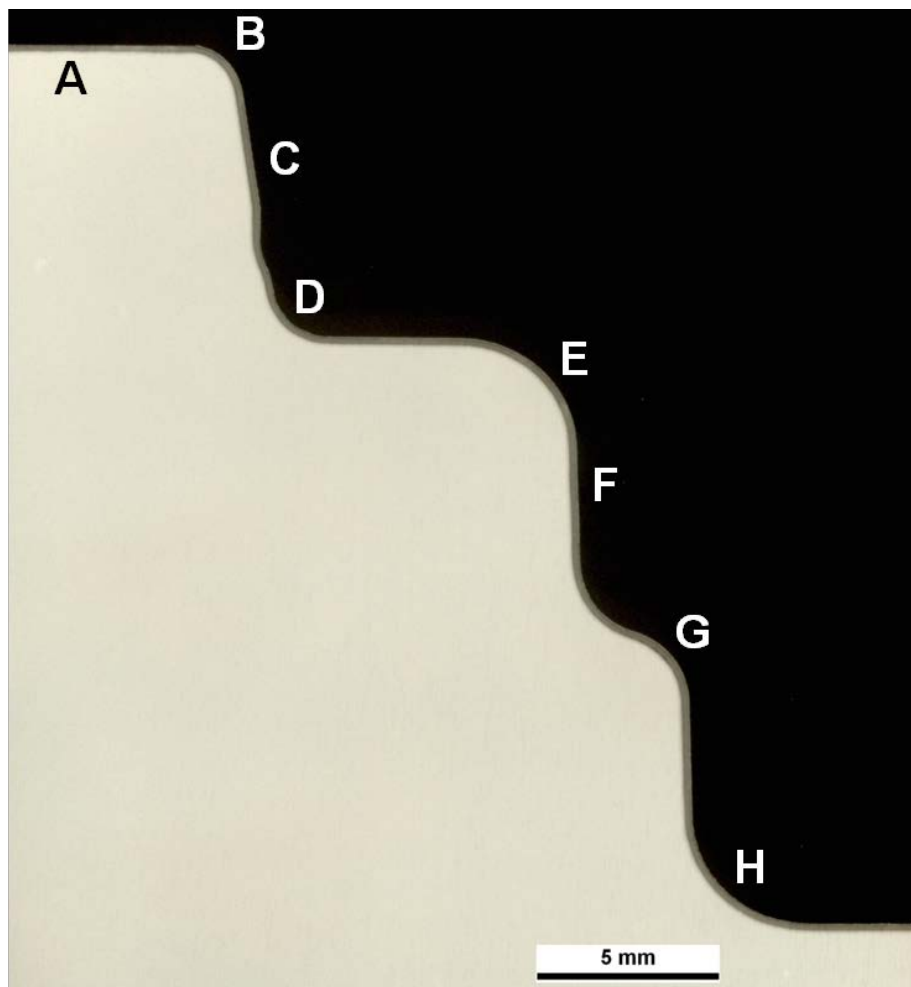
*Variante 4: Obergesenk 100:1*

Variante 4: Plasmanitrieren 520 °C 25 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



*Variante 4: Obergesenk 1000:1*

Variante 4: Plasmanitrieren 520 °C 25 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



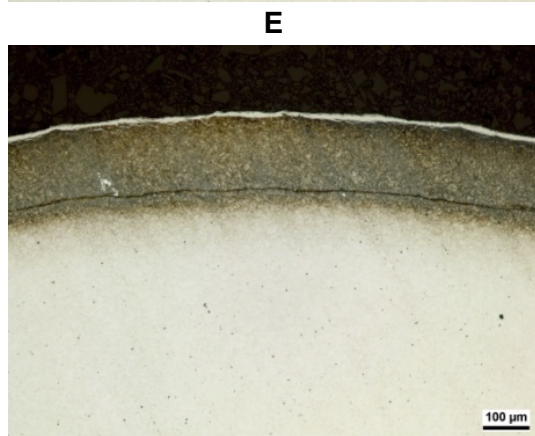
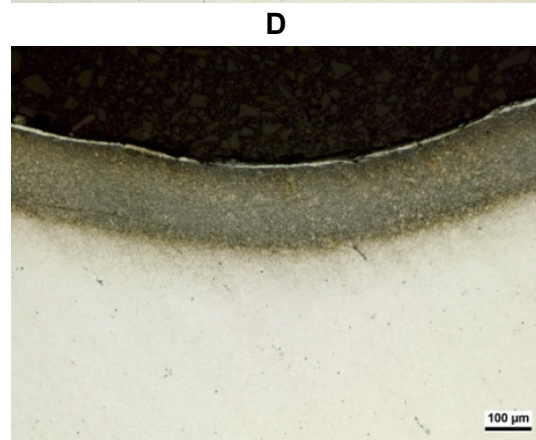
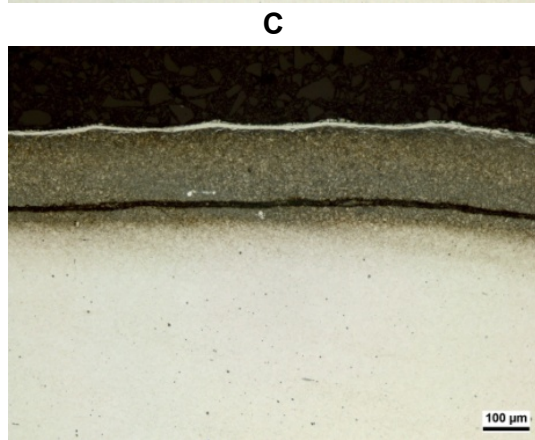
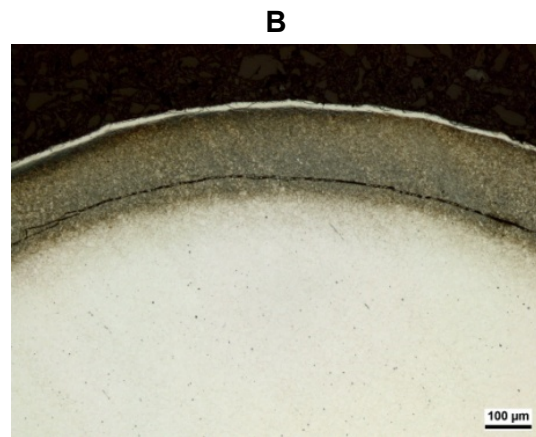
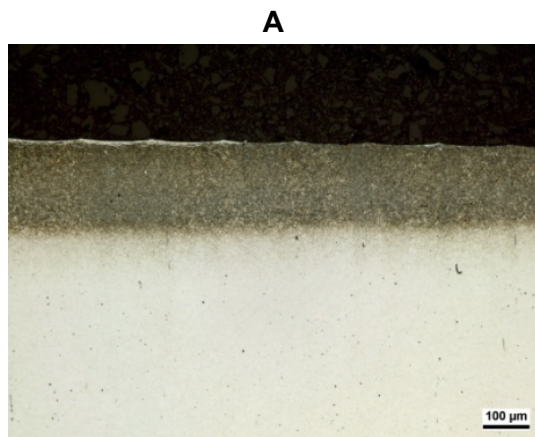
*Variante 4: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	5,8	2,0	7,3	0	0	0
B	10,4	8,6	11,9	0	0	0
C	7,2	2,6	10,0	0	0	0
D	7,0	5,9	8,6	1,9	0,7	2,6
E	8,9	6,6	13,2	2,2	1,3	2,6
F	11,2	7,9	16,5	2,1	0,7	3,3
G	5,5	4,0	6,6	1,1	0	2,3
H	7,1	5,9	9,2	0	0	0

*Variante 4: Untergesenk Verbindungsschicht*



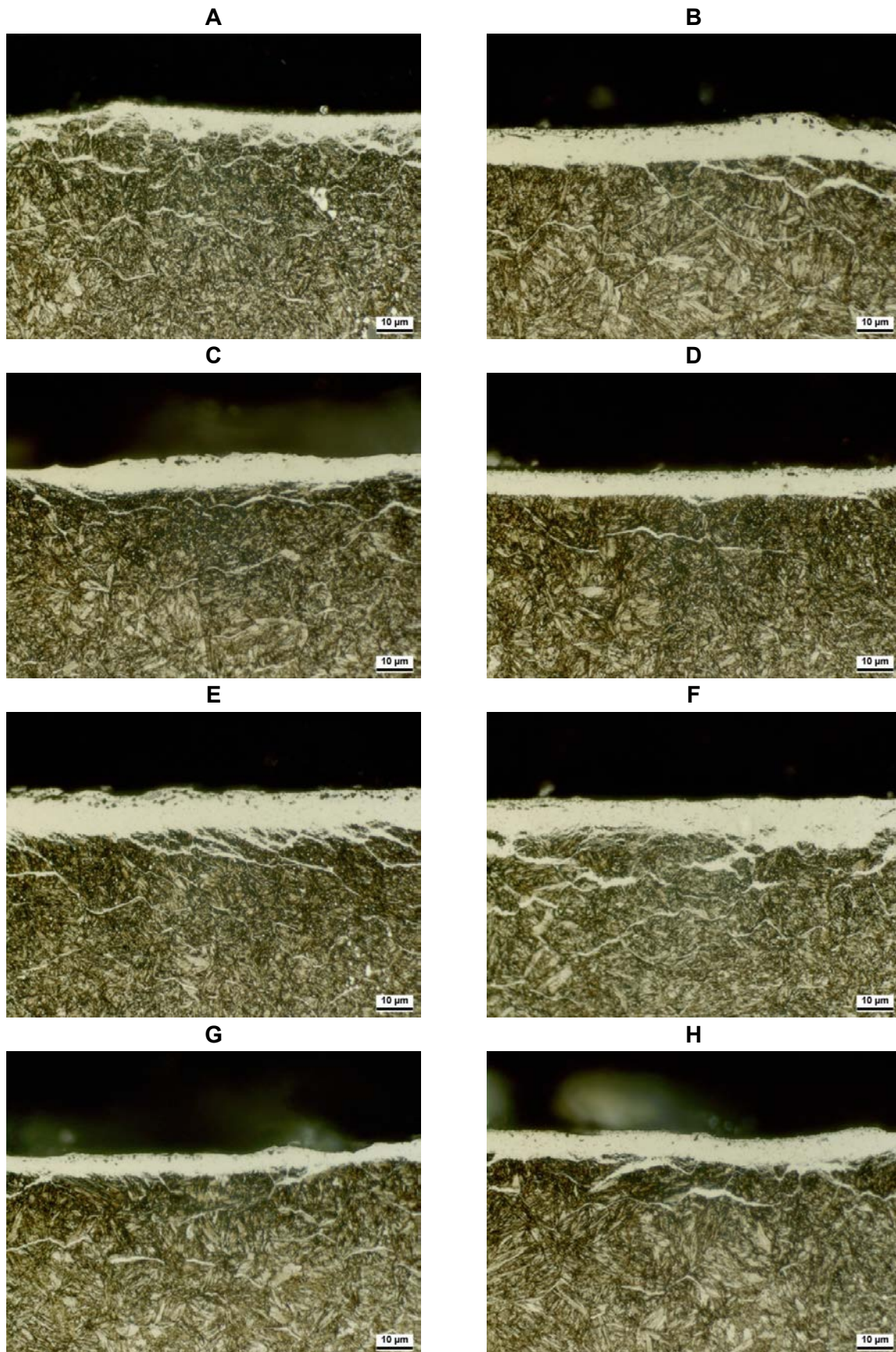
Variante 4: Plasmanitrieren 520 °C 25 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



*Variante 4: Untergesenk 100:1*

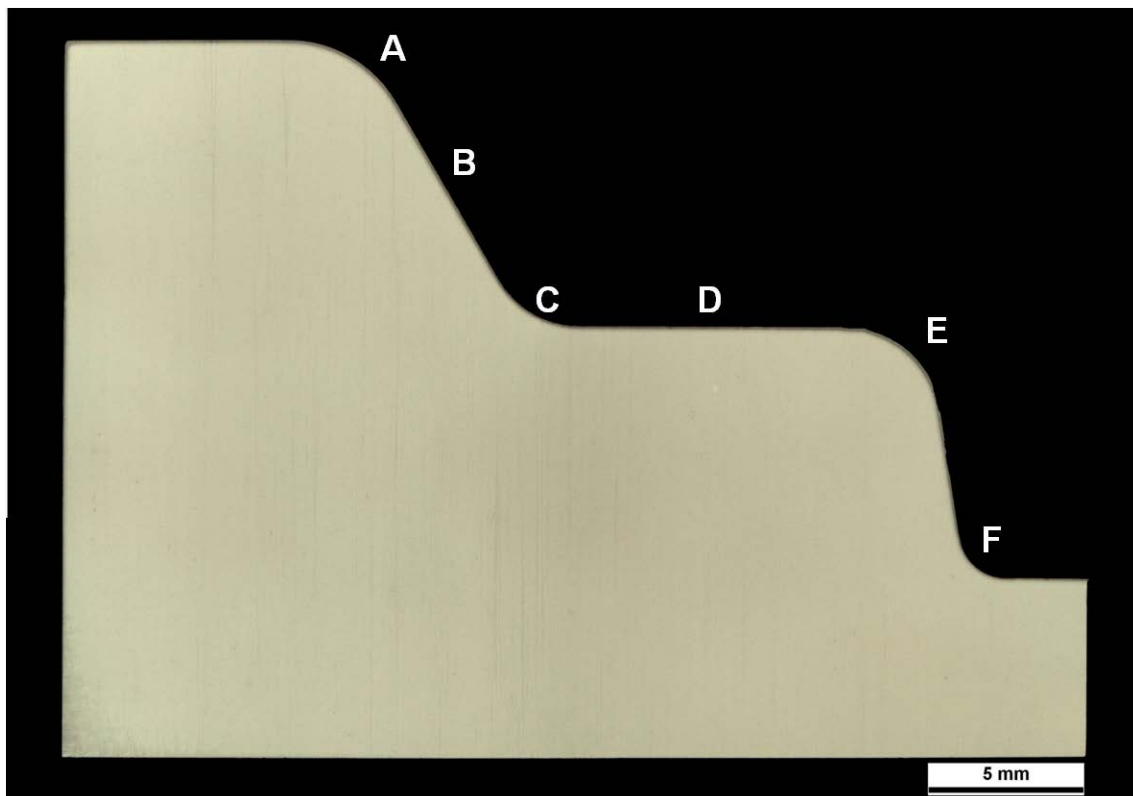


Variante 4: Plasmanitrieren 520 °C 25 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



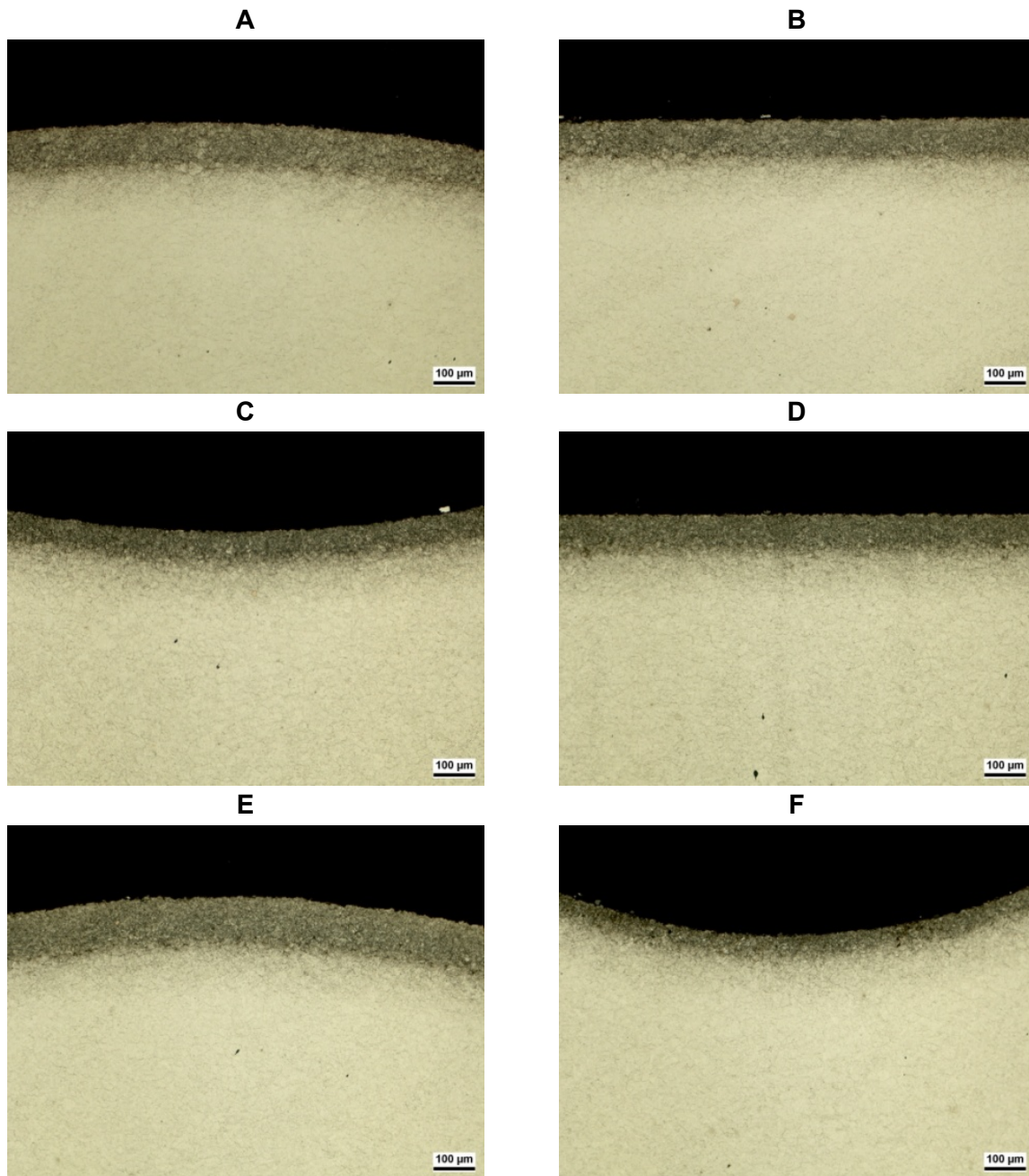
*Variante 4: Untergesenk 1000:1*

Variante 5: Plasmanitrieren 500 °C 40 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> 1:5



*Variante 5: Obergesenk Übersicht*

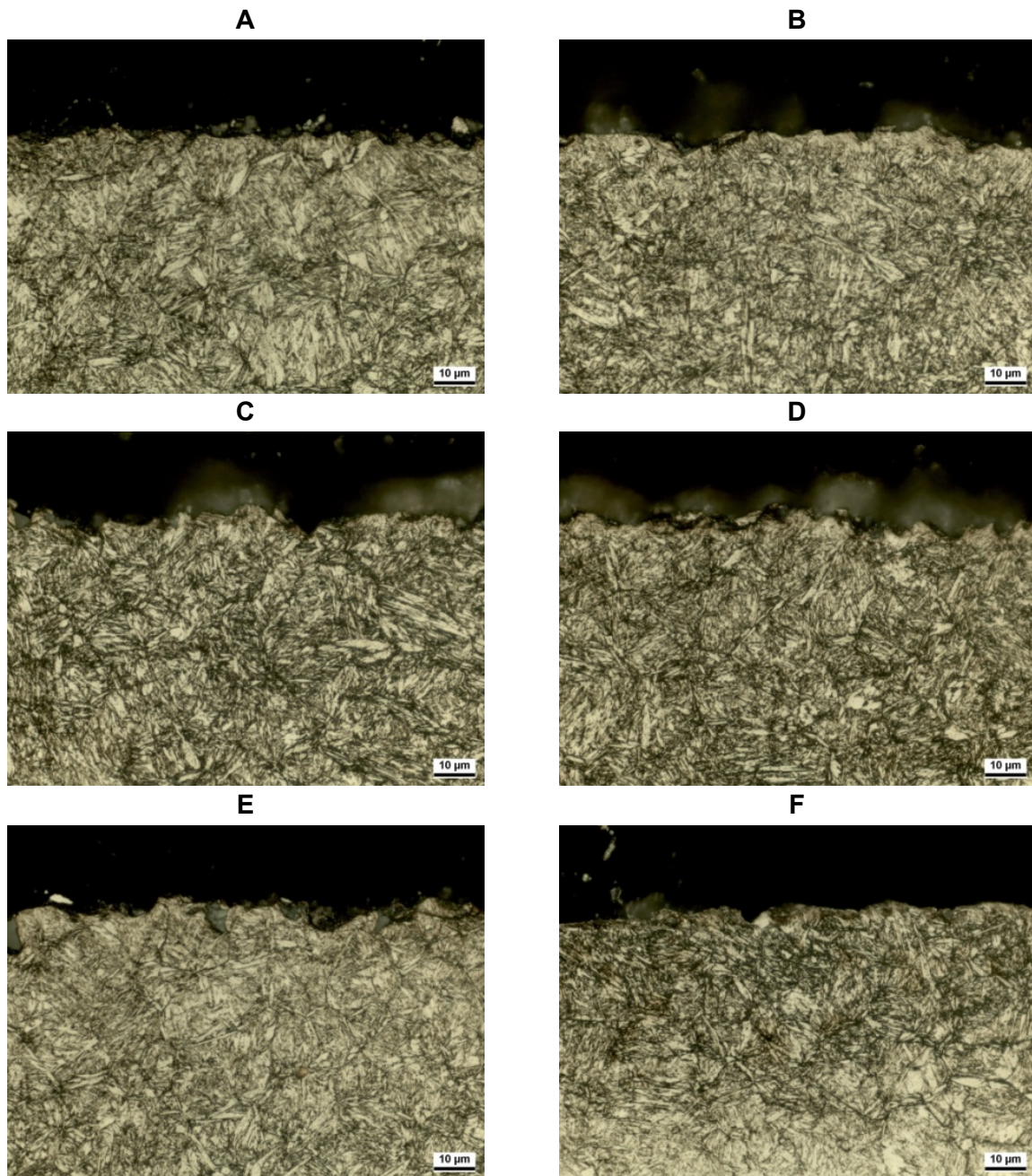
Variante 5: Plasmanitrieren 500 °C 40 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> 1:5



*Variante 5: Obergesenk 100:1*

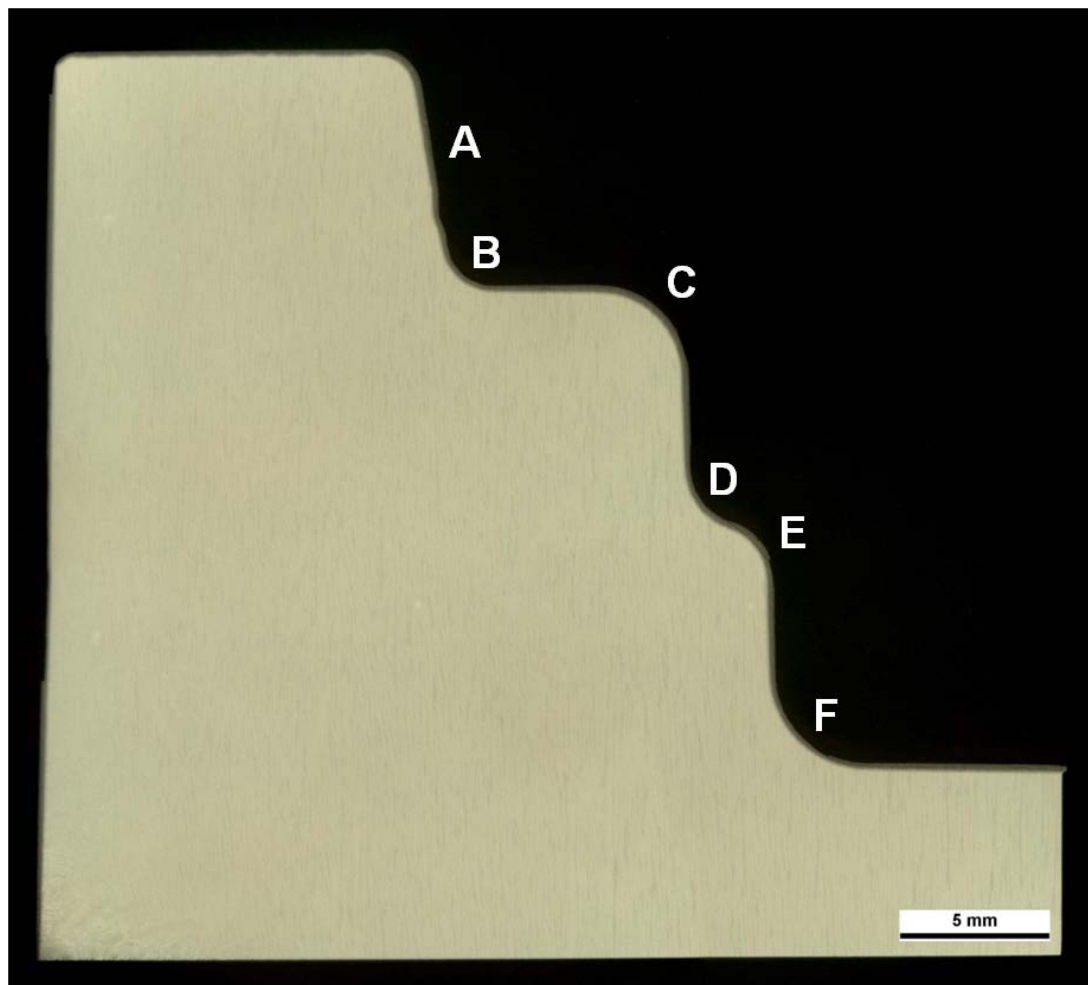


Variante 5: Plasmanitrieren 500 °C 40 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> 1:5



*Variante 5: Obergesenk 1000:1*

Variante 5: Plasmanitrieren 500 °C 40 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> 1:5



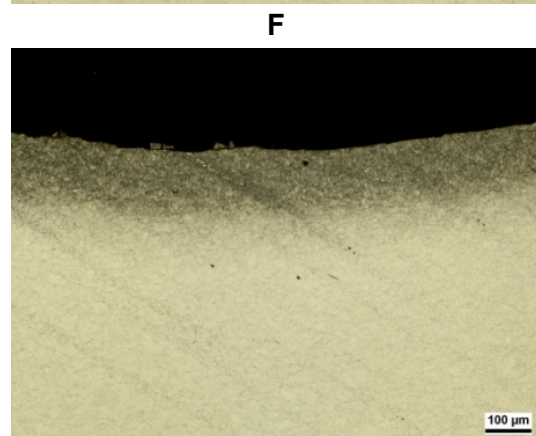
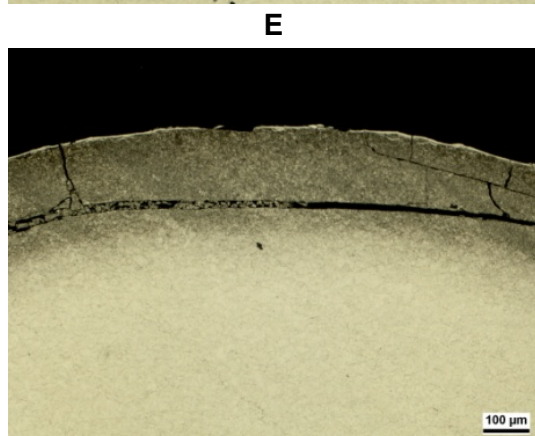
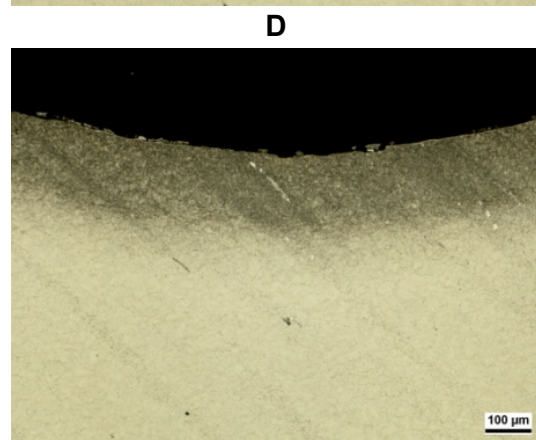
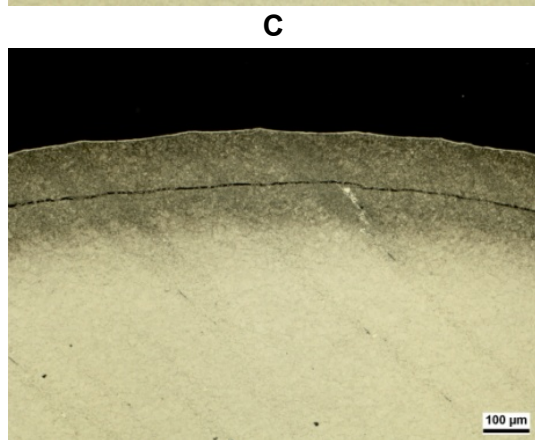
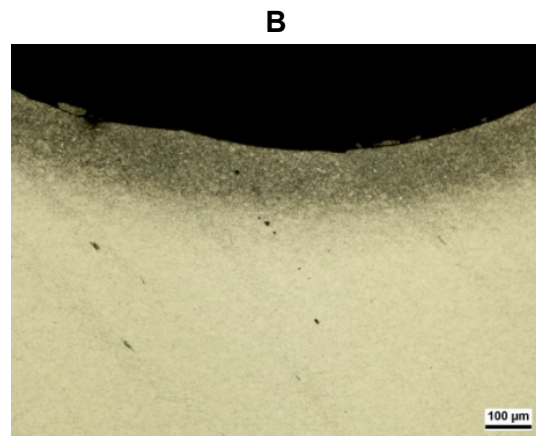
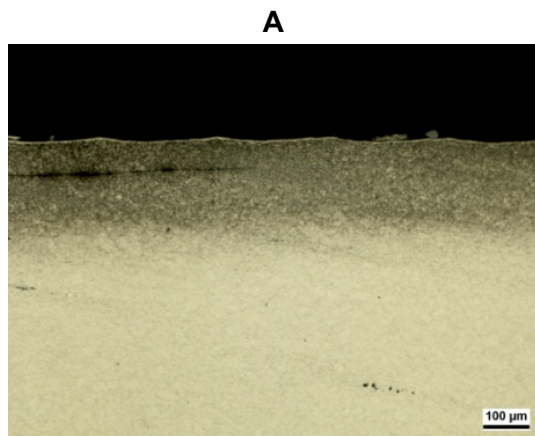
*Variante 5: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	2,5	2,0	2,7
B	0	0	0
C	2,9	2,3	3,3
D	0,7	0	2,0
E	3,7	3,0	4,7
F	0	0	0

*Variante 5: Untergesenk Verbindungsschicht*

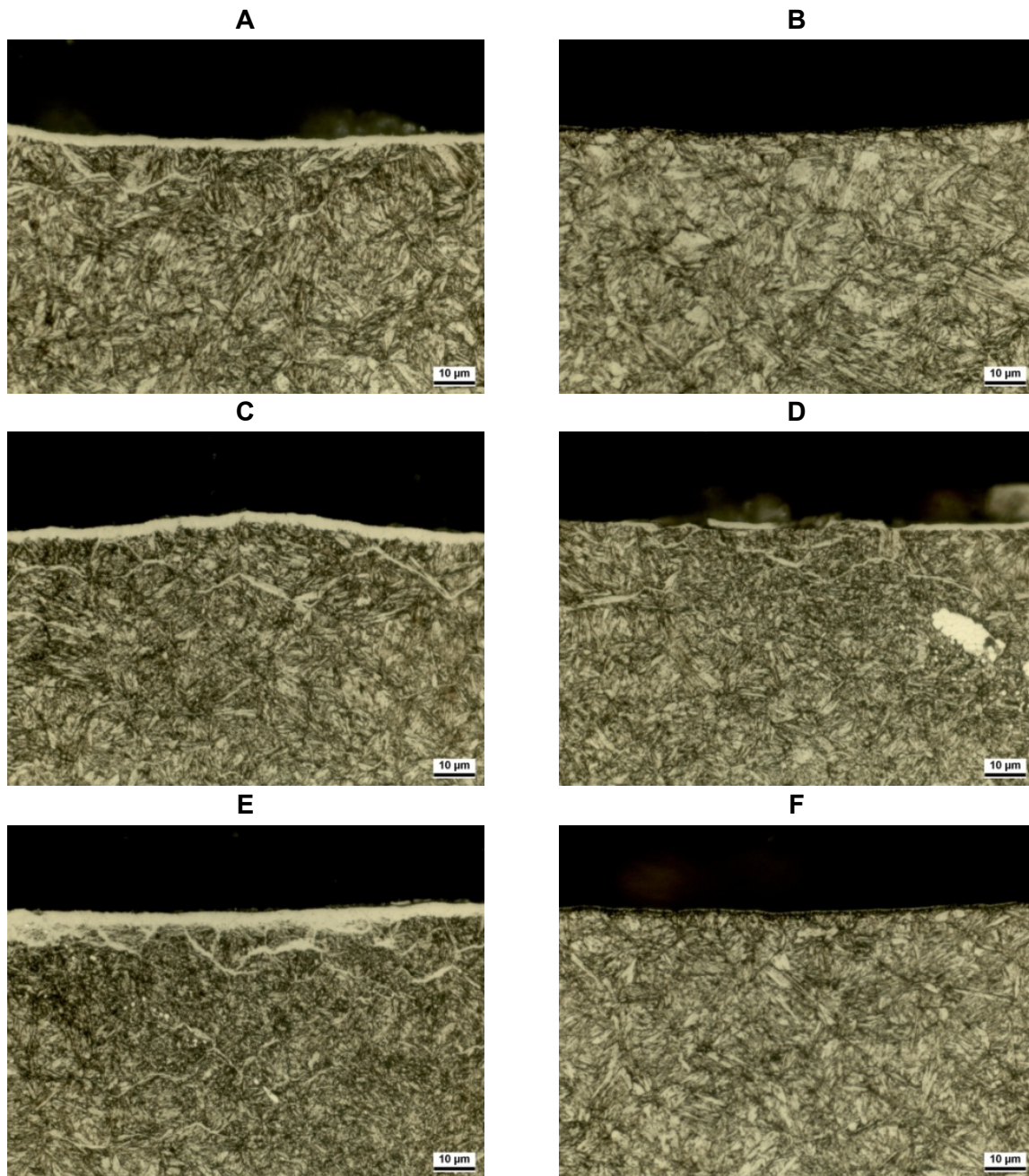


Variante 5: Plasmanitrieren 500 °C 40 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> 1:5



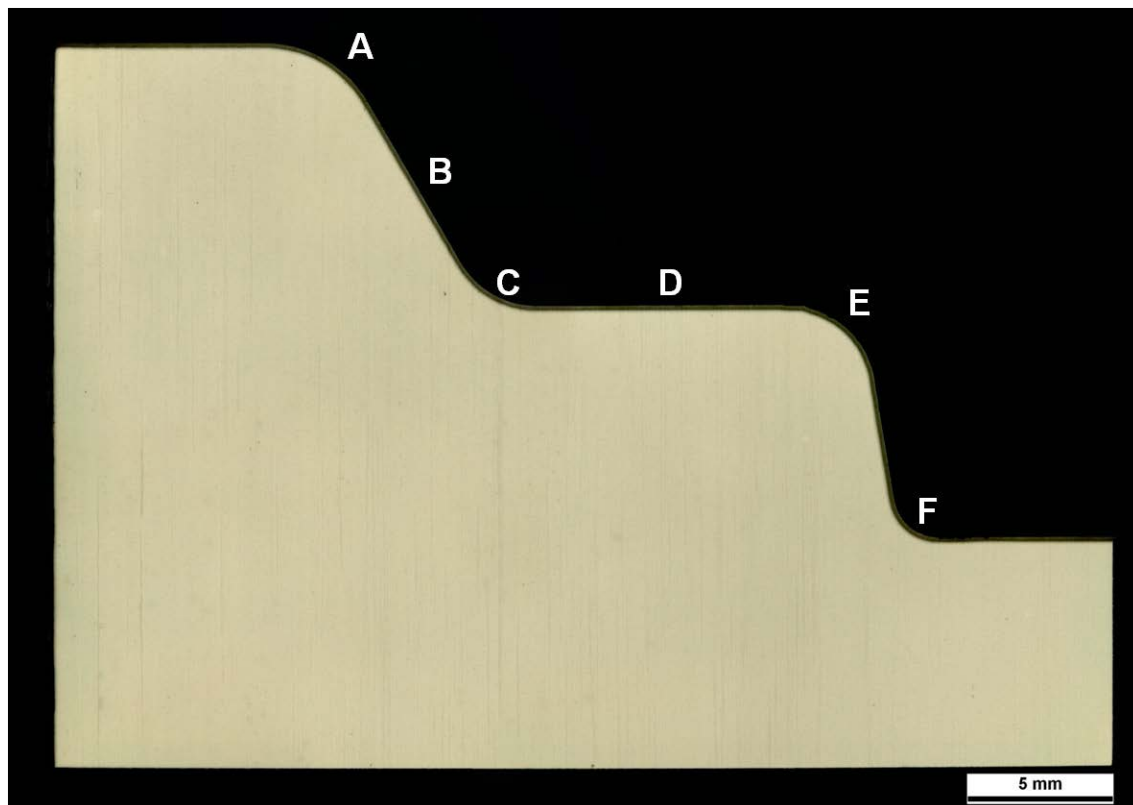
*Variante 5: Untergesenk 100:1*

Variante 5: Plasmanitrieren 500 °C 40 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub> 1:5



*Variante 5: Untergesenk 1000:1*

Variante 6: Gasnitrocarburieren 520 °C 25 h  $K_N=3$  + 2,5 % CO<sub>2</sub>



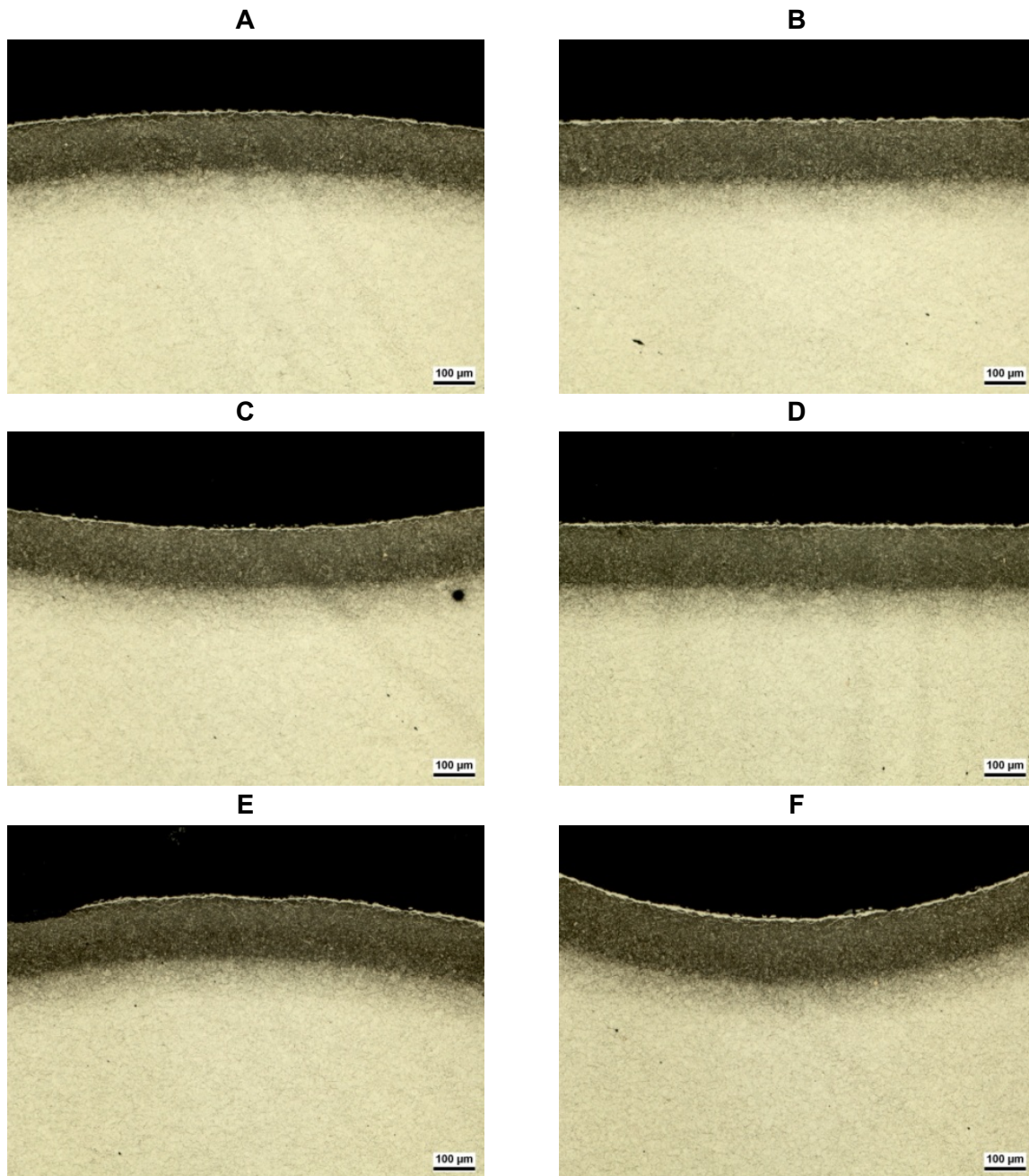
*Variante 6: Obergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	6,3	5,0	7,3	3,3	2,0	4,3
B	5,9	4,0	9,0	1,6	0,0	2,7
C	5,5	4,0	6,0	1,7	1,3	3,3
D	6,5	3,3	9,7	2,7	0,0	7,3
E	7,1	6,0	8,7	2,3	1,7	3,3
F	7,9	6,0	9,3	3,3	1,7	4,7

*Variante 6: Obergesenk Verbindungsschicht*

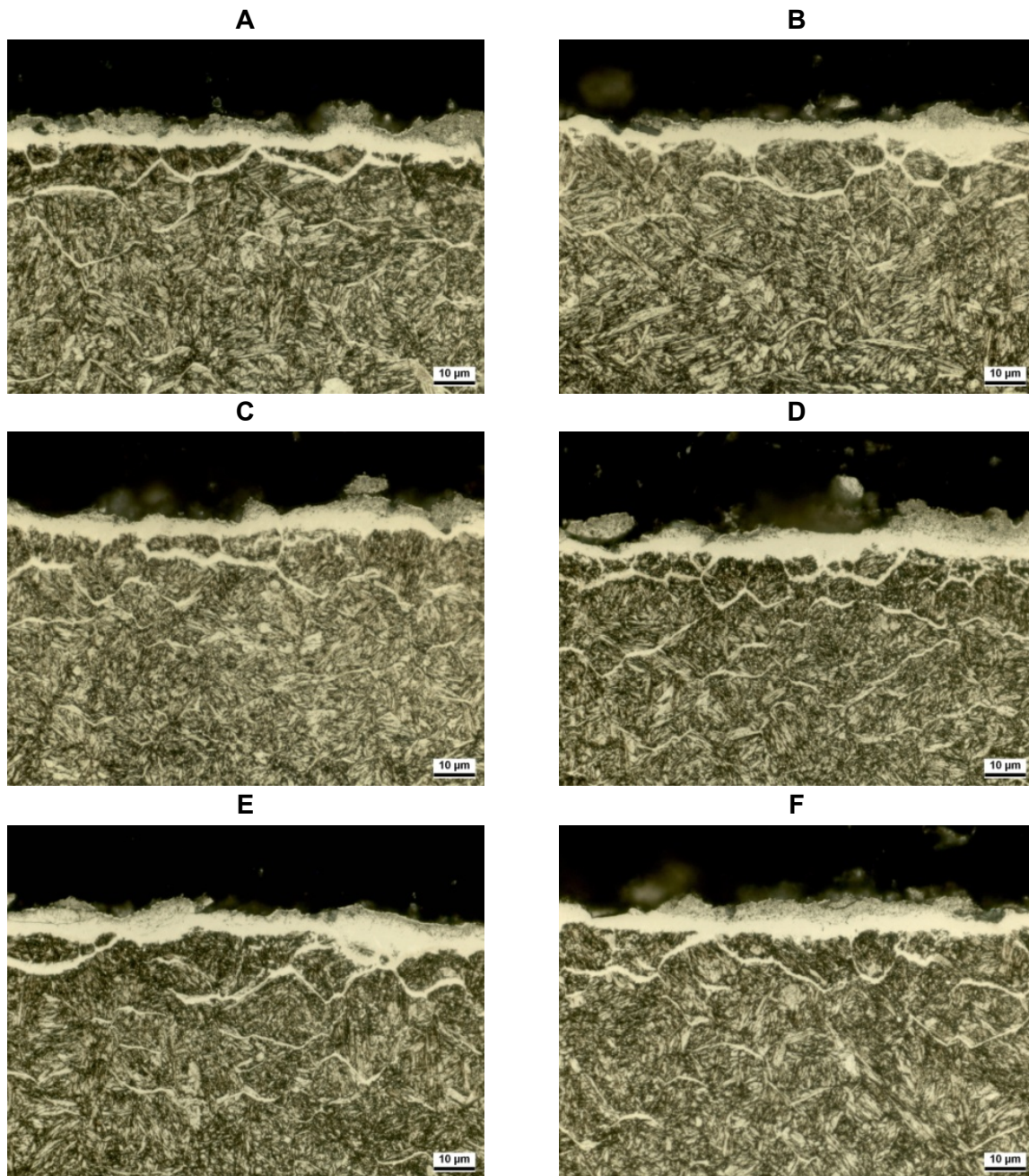


Variante 6: Gasnitrocarburieren 520 °C 25 h  $K_N=3$  + 2,5 %  $CO_2$



*Variante 6: Obergesenk 100:1*

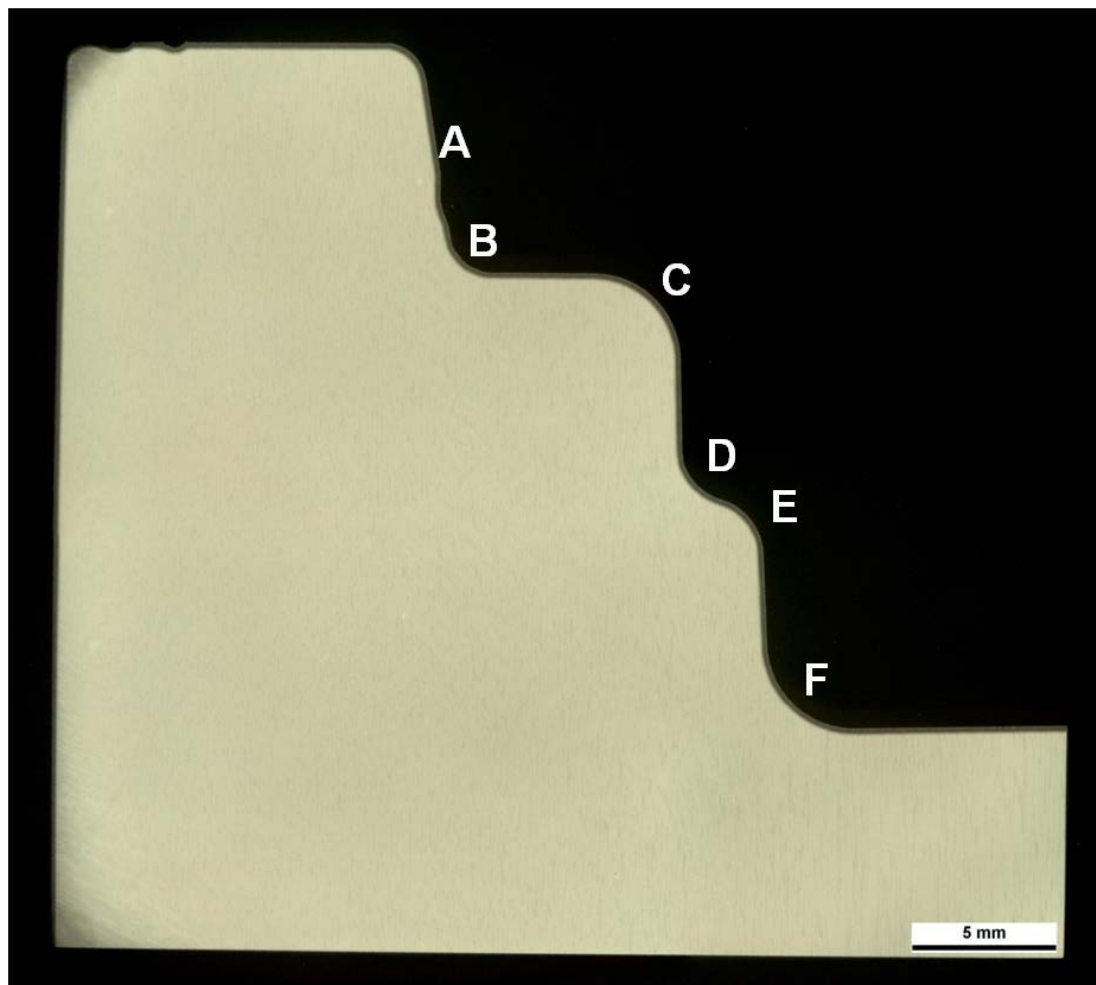
Variante 6: Gasnitrocarburieren 520 °C 25 h  $K_N=3$  + 2,5 %  $CO_2$



*Variante 6: Obergesenk 1000:1*



Variante 6: Gasnitrocarburieren 520 °C 25 h  $K_N=3$  + 2,5 %  $\text{CO}_2$

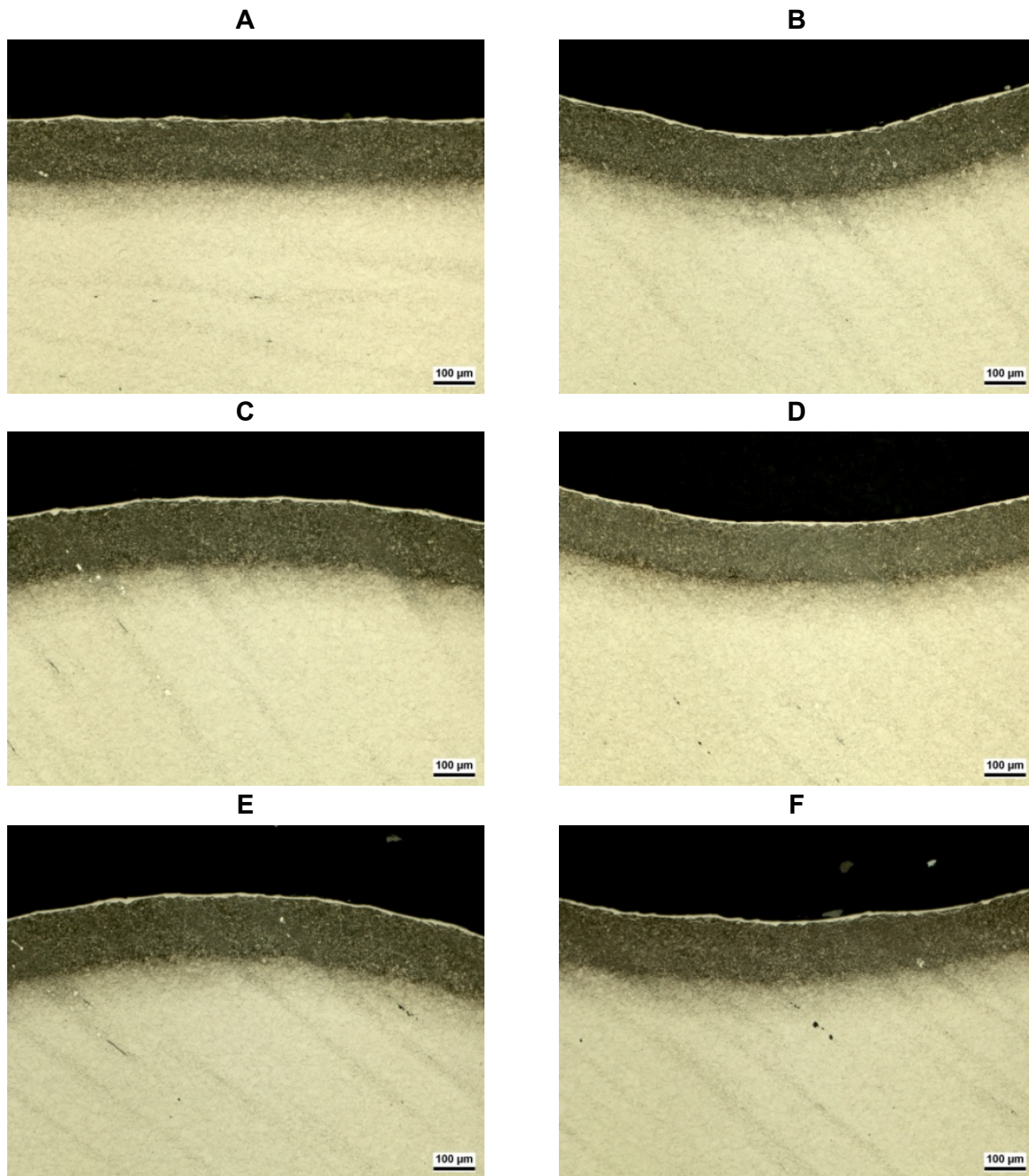


*Variante 6: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	6,2	4,7	8,0	1,6	1,0	2,7
B	8,4	6,7	11,3	2,1	1,7	2,7
C	8,1	5,7	10,3	2,8	2,3	3,3
D	6,4	5,0	8,3	2,0	1,7	2,3
E	6,5	5,3	8,0	2,4	1,7	4,0
F	7,1	5,3	9,7	2,0	1,3	3,0

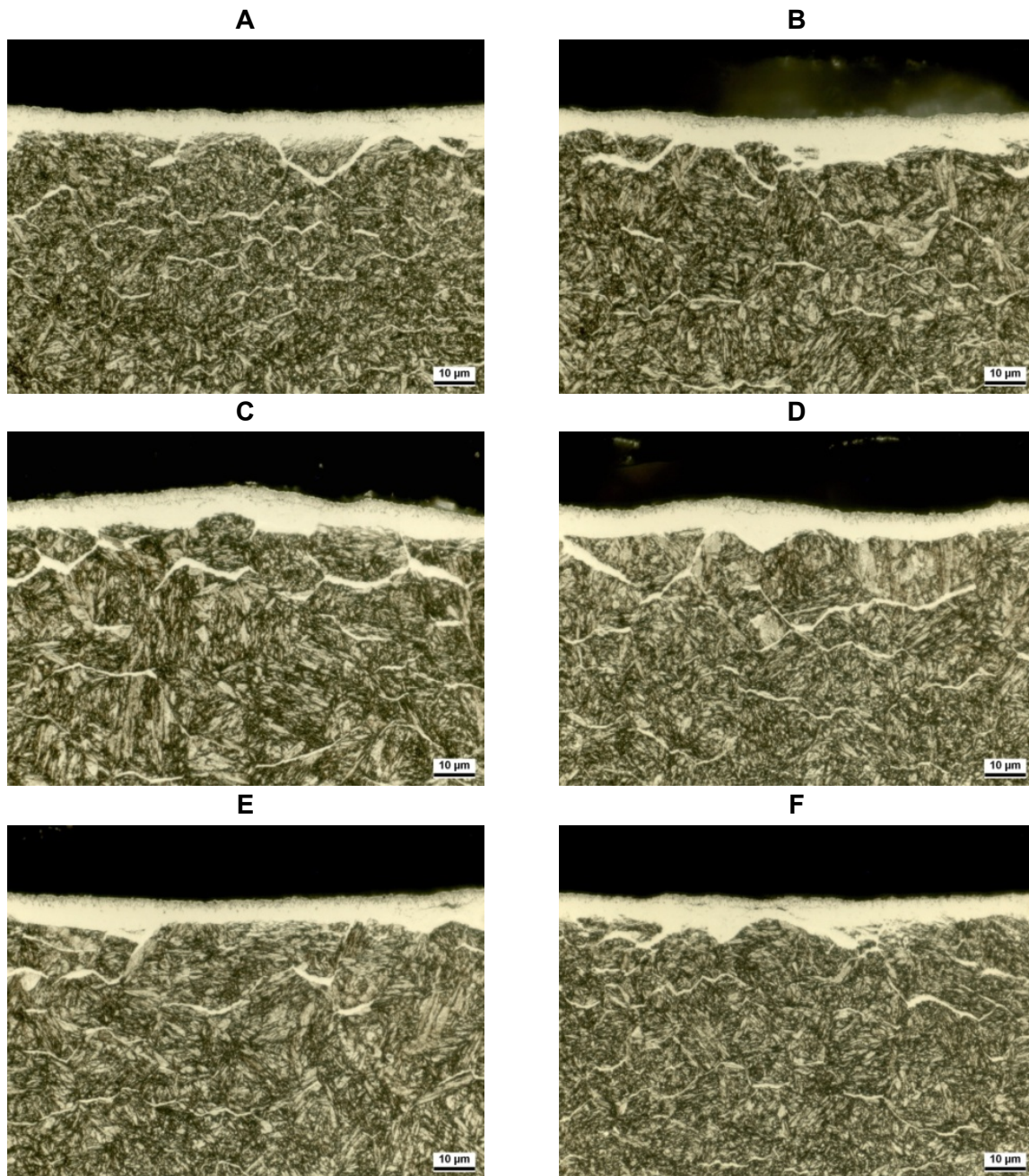
*Variante 6: Untergesenk Übersicht*

Variante 6: Gasnitrocarburieren 520 °C 25 h  $K_N=3$  + 2,5 %  $\text{CO}_2$



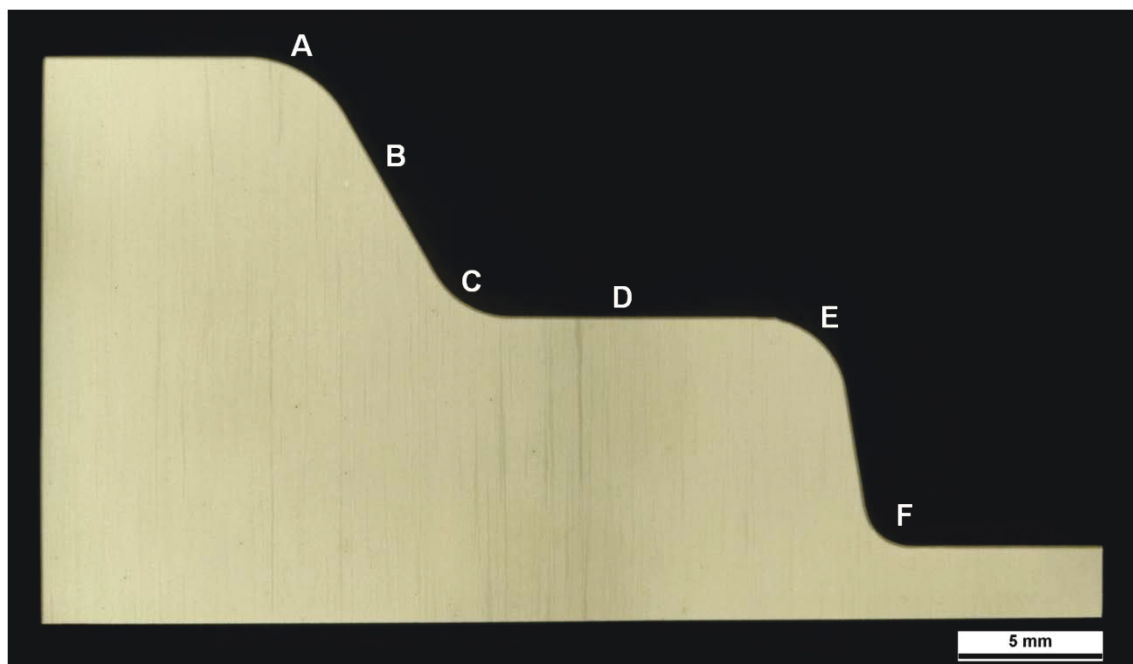
*Variante 6: Untergesenk 100:1*

Variante 6: Gasnitrocarburieren 520 °C 25 h  $K_N=3$  + 2,5 %  $CO_2$



*Variante 6: Untergesenk 1000:1*

Variante 7: Gasnitrieren 520 °C 4 h  $K_N=3$



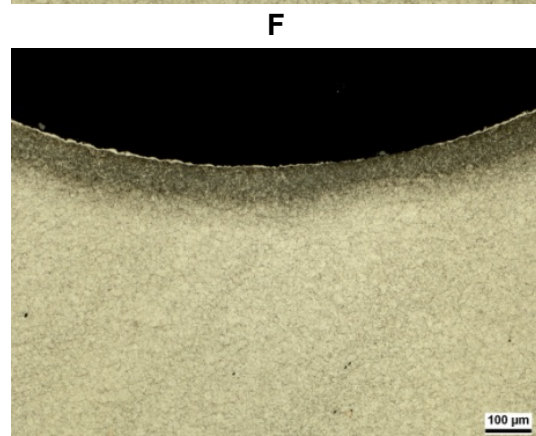
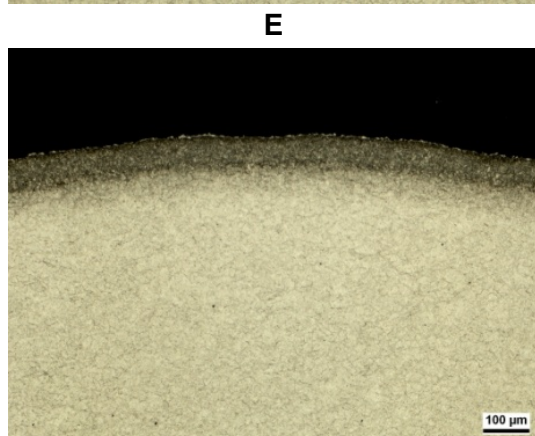
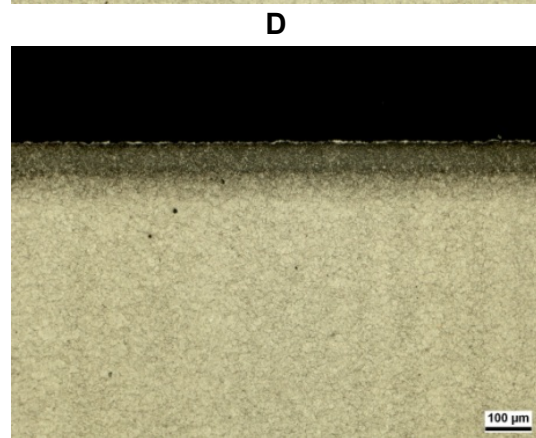
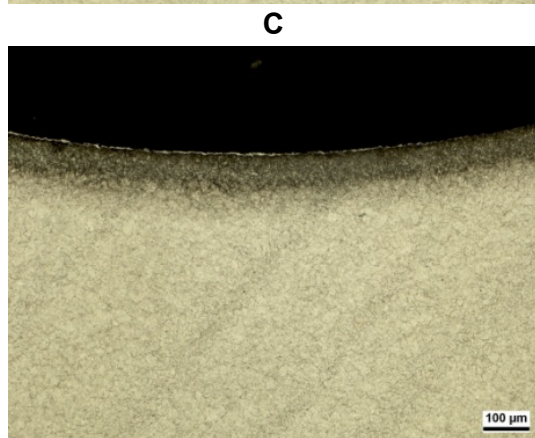
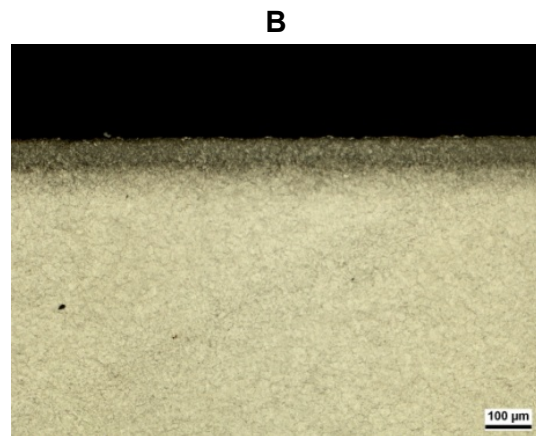
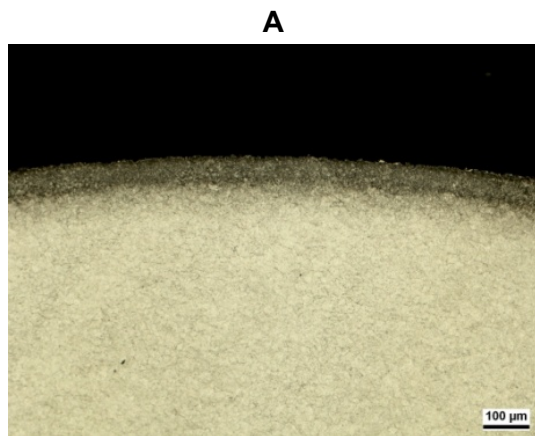
*Variante 7: Obergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	0,0	0,0	0,0
B	2,0	1,3	3,3
C	3,8	2,7	5,7
D	3,5	2,7	4,3
E	2,0	1,3	2,7
F	3,3	2,0	4,7

*Variante 7: Obergesenk Verbindungsschicht*



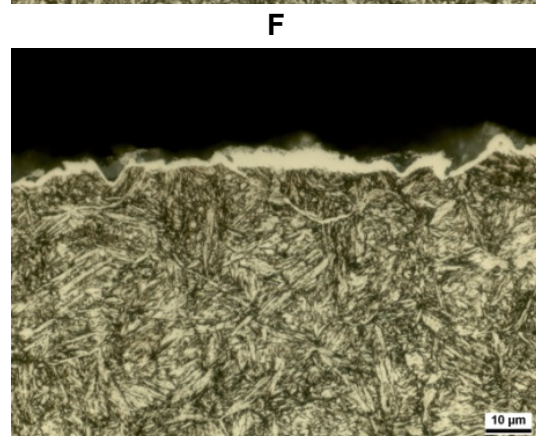
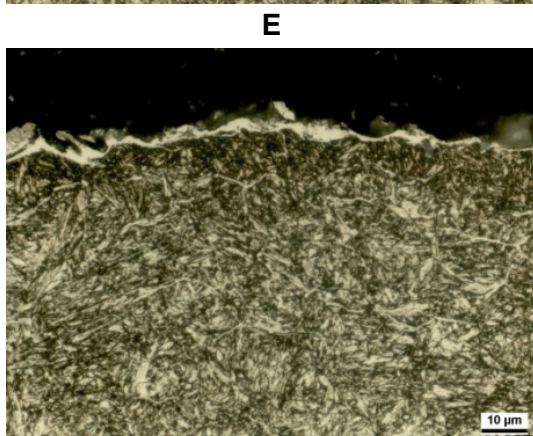
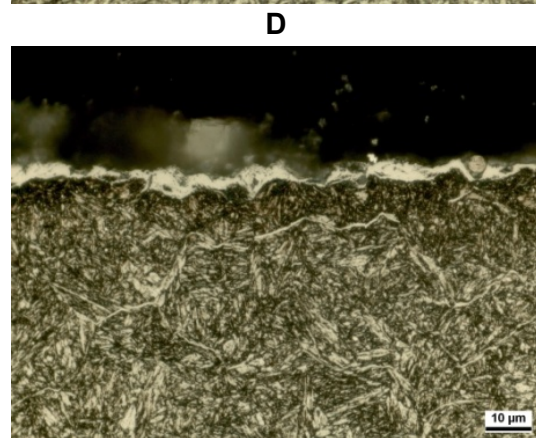
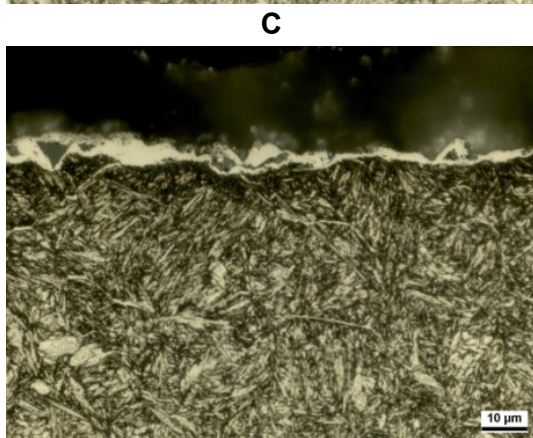
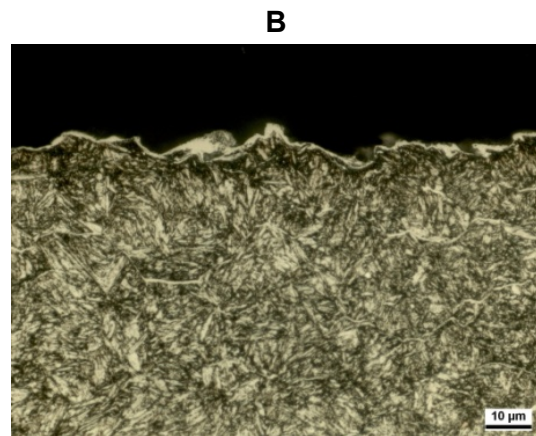
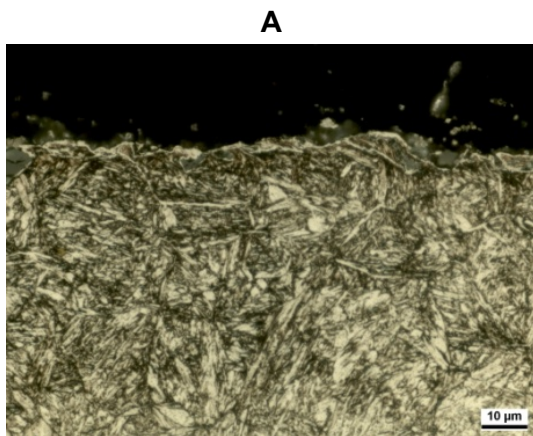
Variante 7: Gasnitrieren 520 °C 4 h  $K_N=3$



*Variante 7: Obergesenk 100:1*

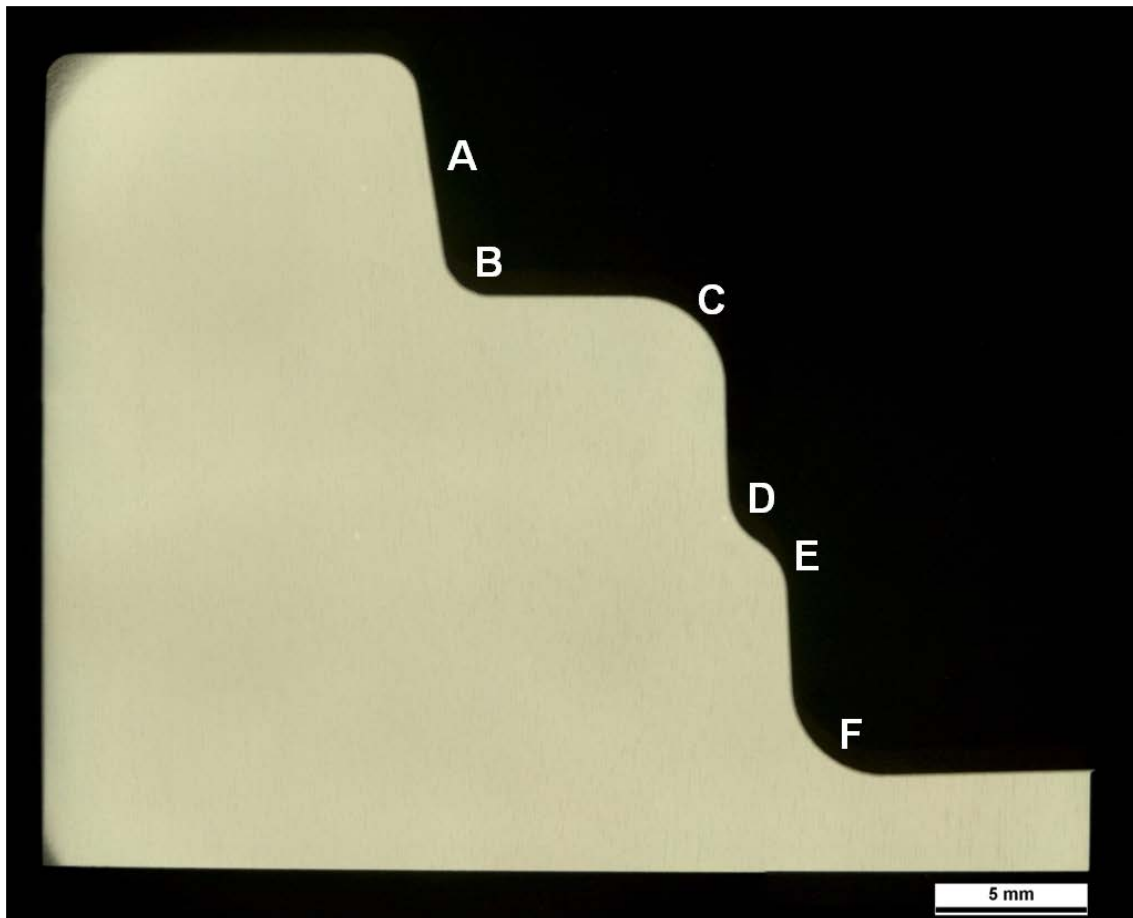


Variante 7: Gasnitrieren 520 °C 4 h  $K_N=3$



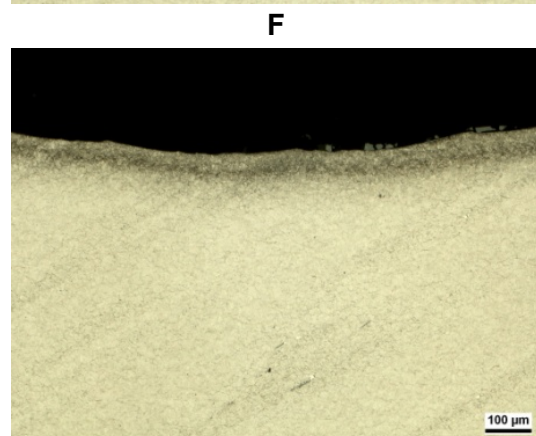
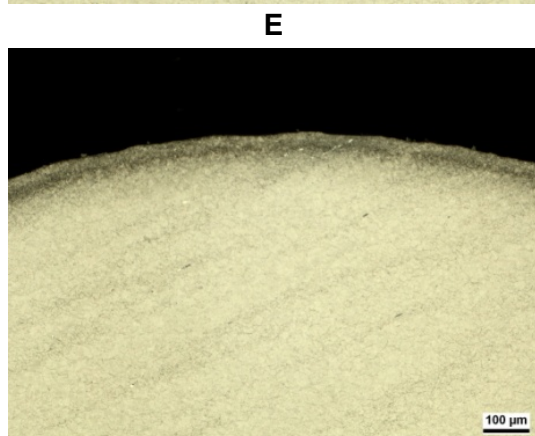
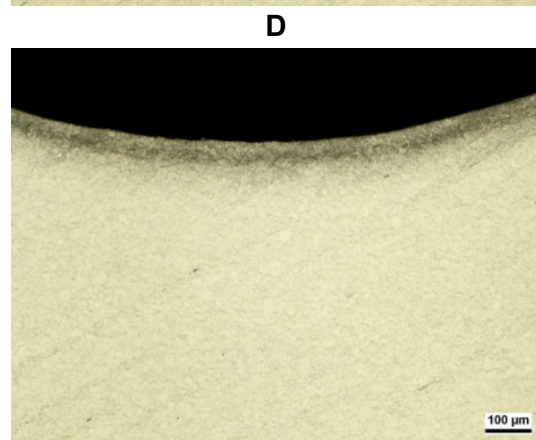
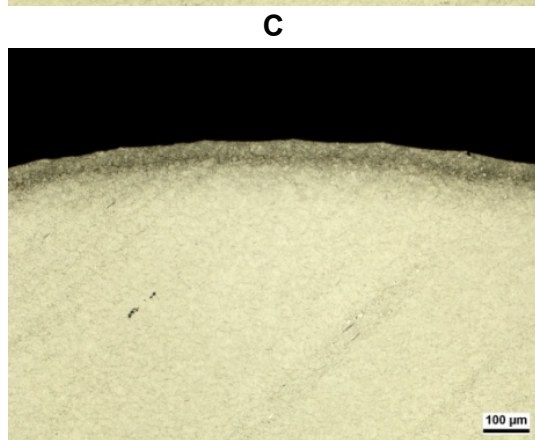
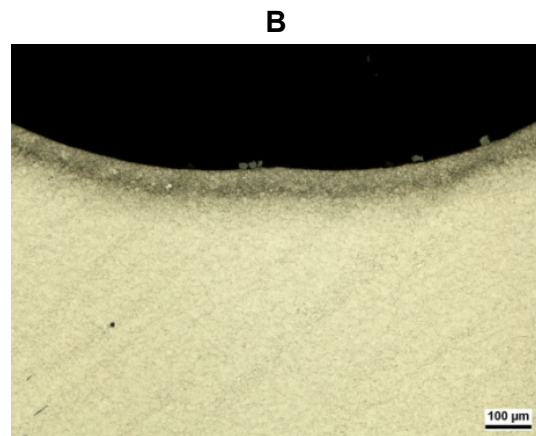
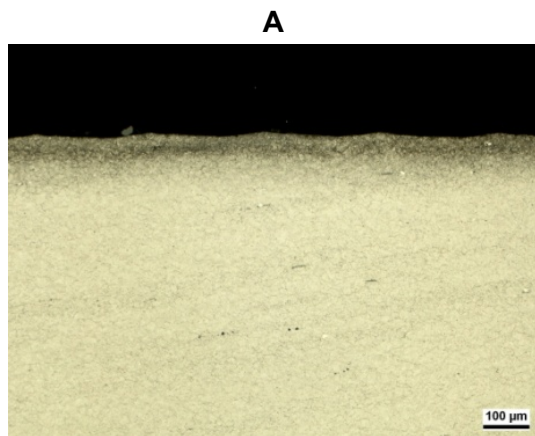
*Variante 7: Obergesenk 1000:1*

Variante 7: Gasnitrieren 520 °C 4 h  $K_N=3$



*Variante 7: Untergesenk Übersicht*

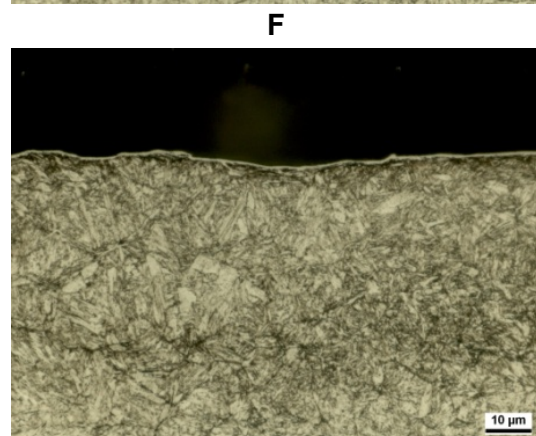
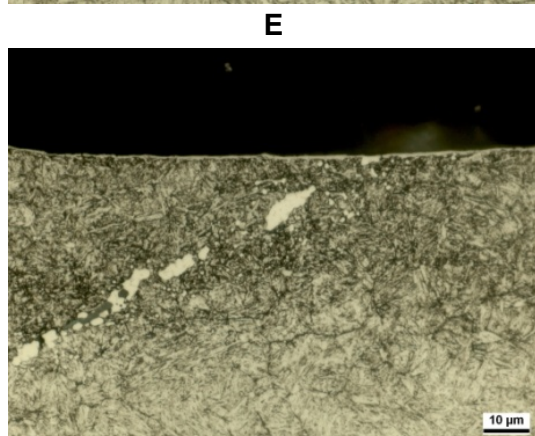
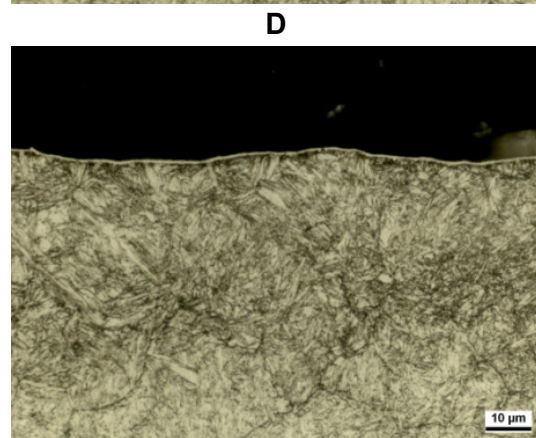
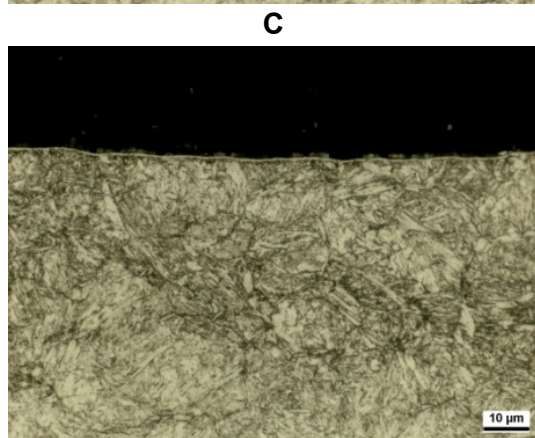
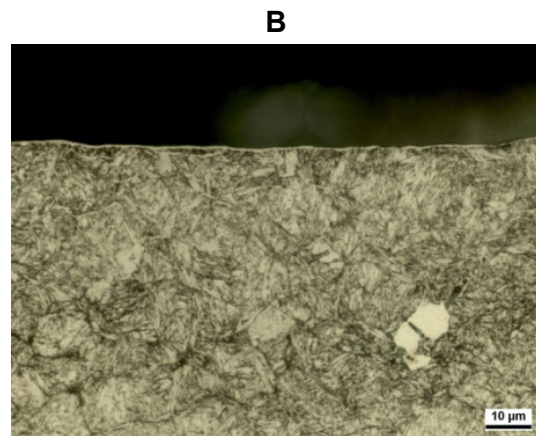
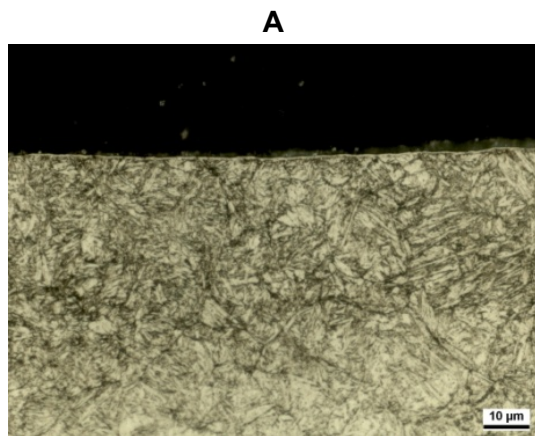
Variante 7: Gasnitrieren 520 °C 4 h  $K_N=3$



*Variante 7: Untergesenk 100:1*

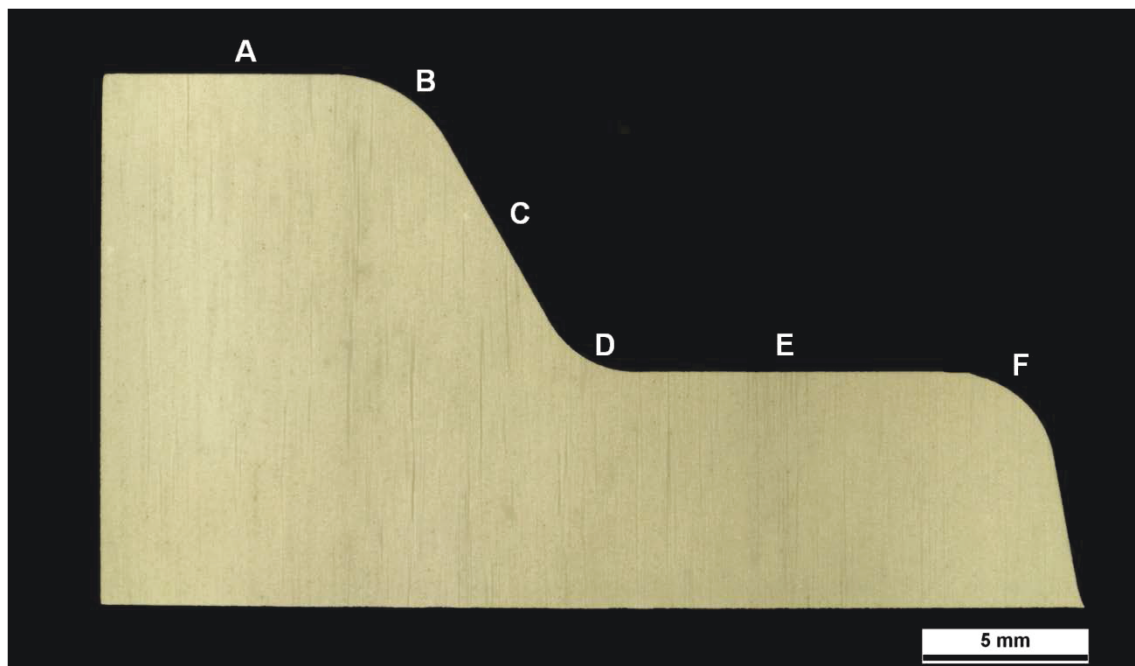


Variante 7: Gasnitrieren 520 °C 4 h  $K_N=3$



*Variante 7: Untergesenk 1000:1*

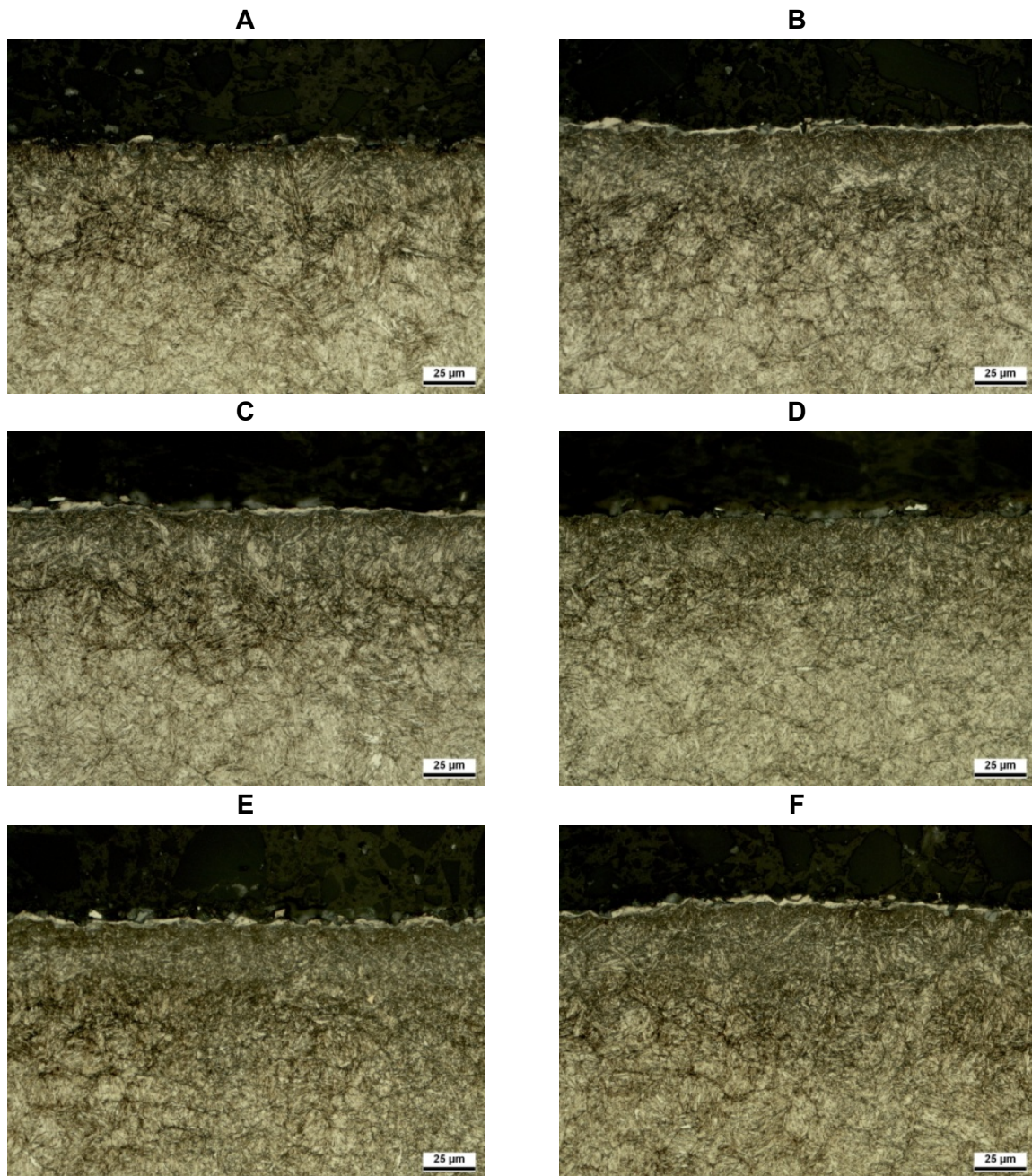
Variante 8: Plasmanitrieren 520 °C 1 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



*Variante 8: Obergesenk Übersicht*

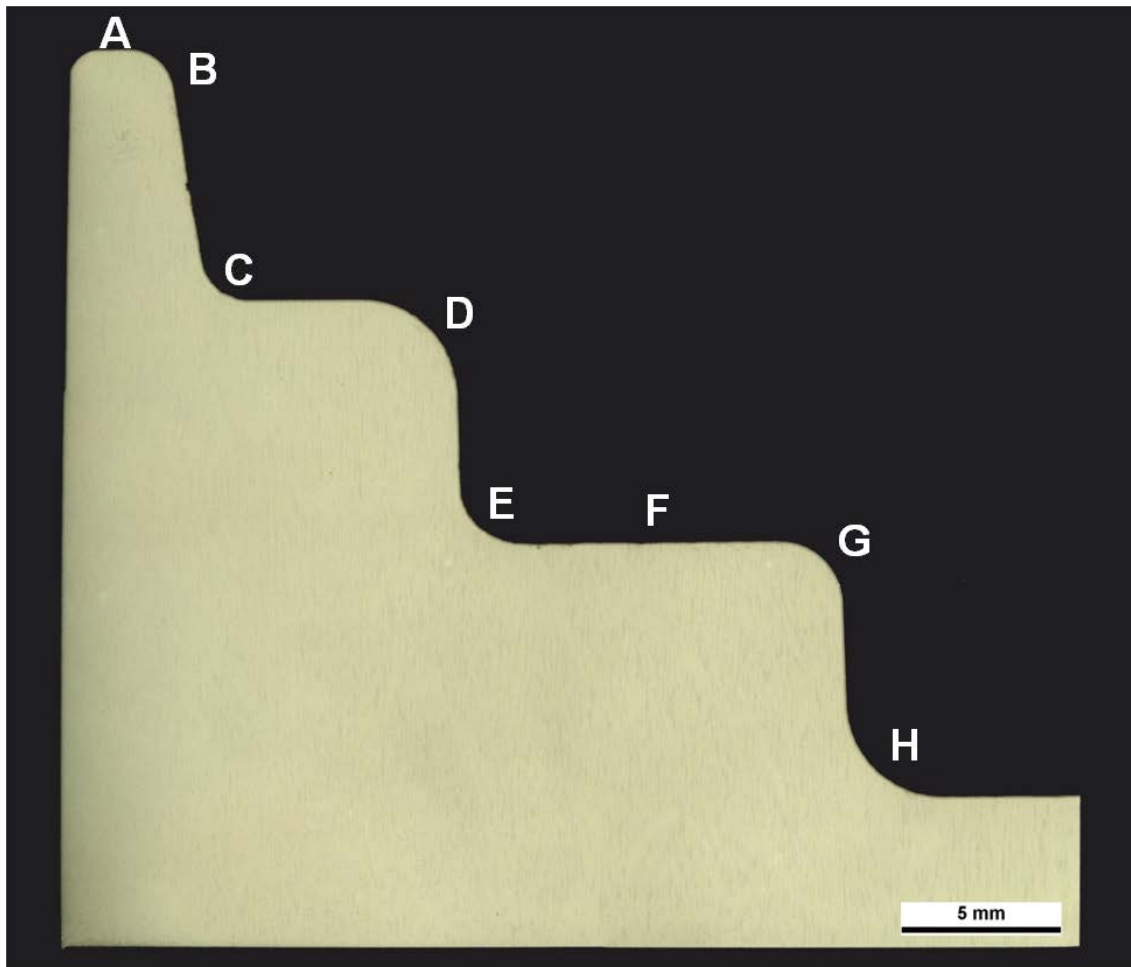


Variante 8: Plasmanitrieren 520 °C 1 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



*Variante 8: Obergesenk 500:1*

Variante 8: Plasmanitrieren 520 °C 1 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



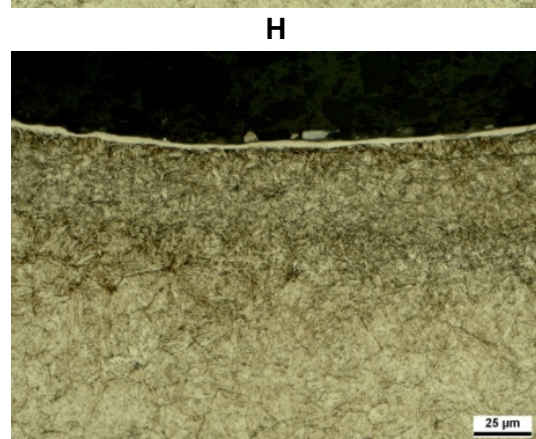
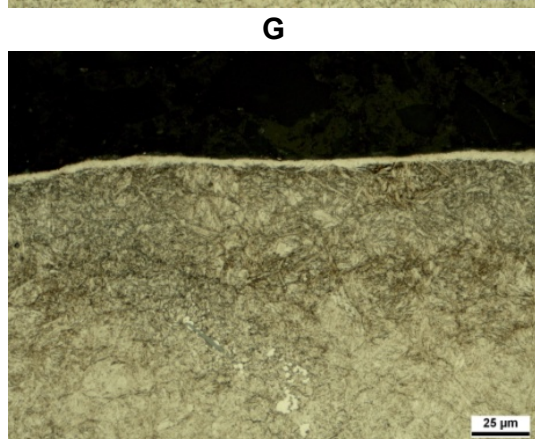
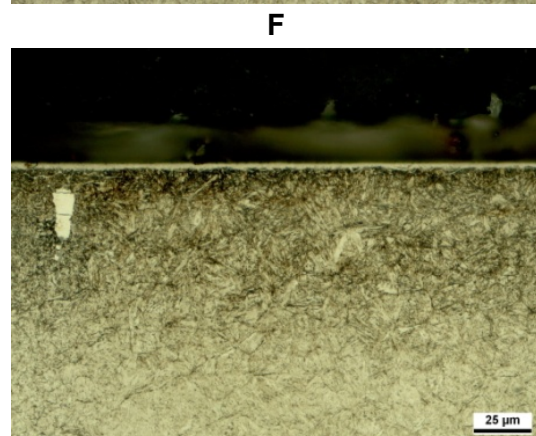
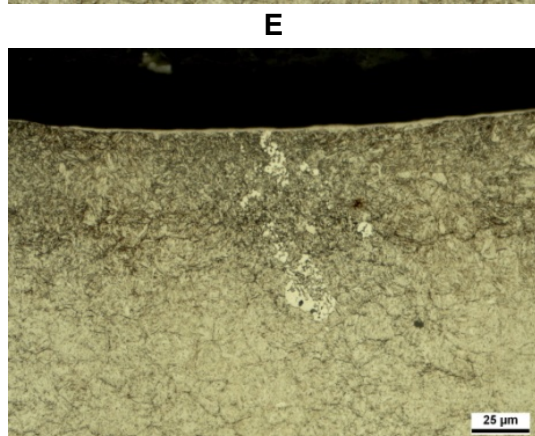
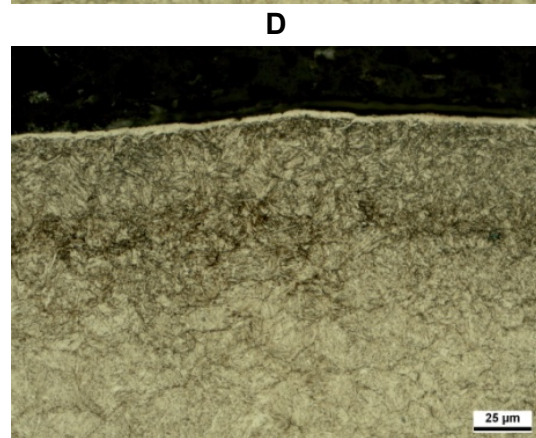
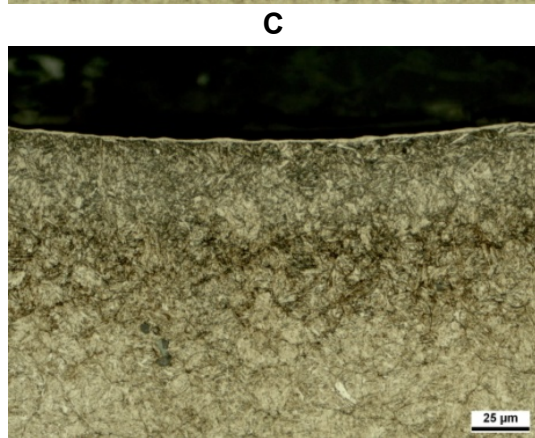
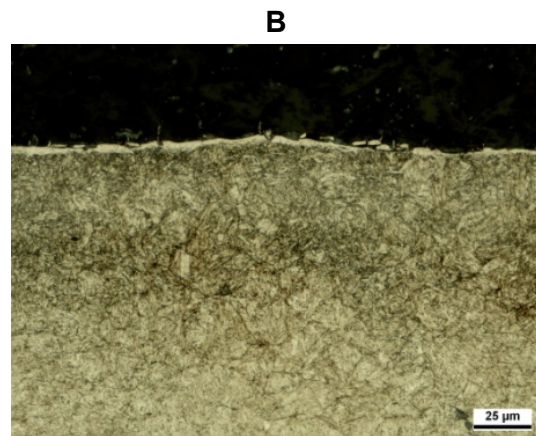
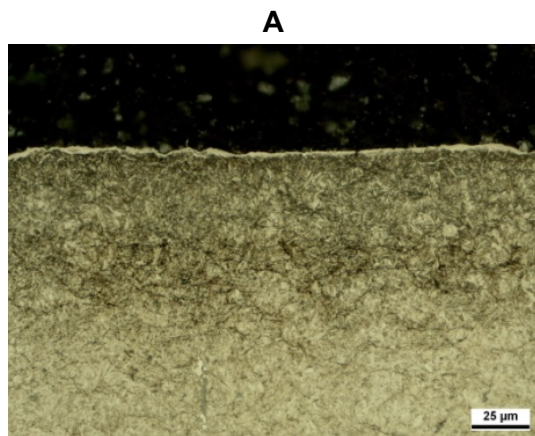
*Variante 8: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	2,8	1,7	4,0
B	3,1	2,3	4,0
C	1,1	1,0	1,3
D	2,8	2,0	3,3
E	2,2	1,0	3,3
F	2,8	2,3	3,3
G	2,9	2,3	3,3
H	1,5	1,0	2,0

*Variante 8: Untergesenk Verbindungsschicht*



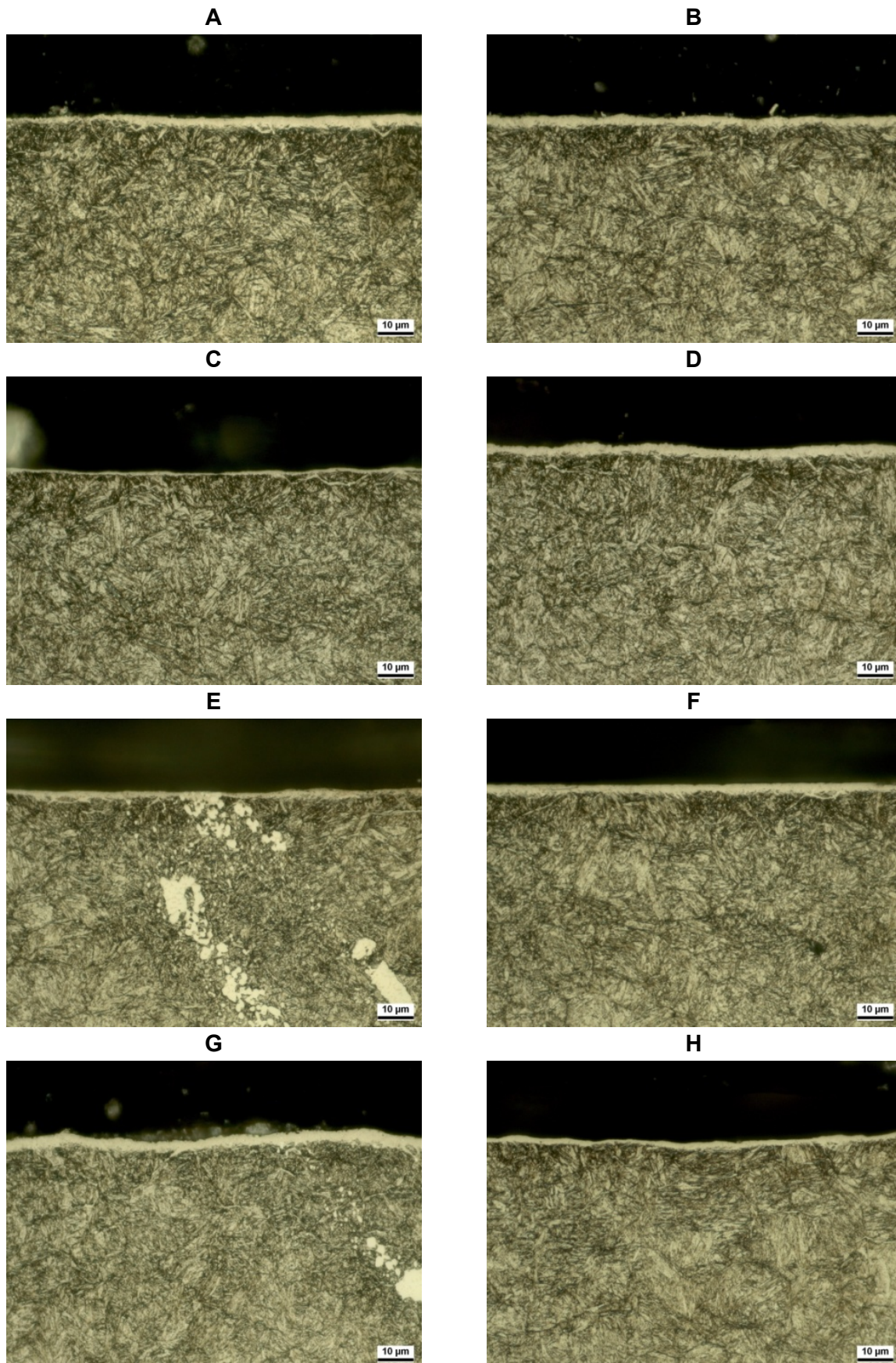
Variante 8: Plasmanitrieren 520 °C 1 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



*Variante 8: Untergesenk 500:1*

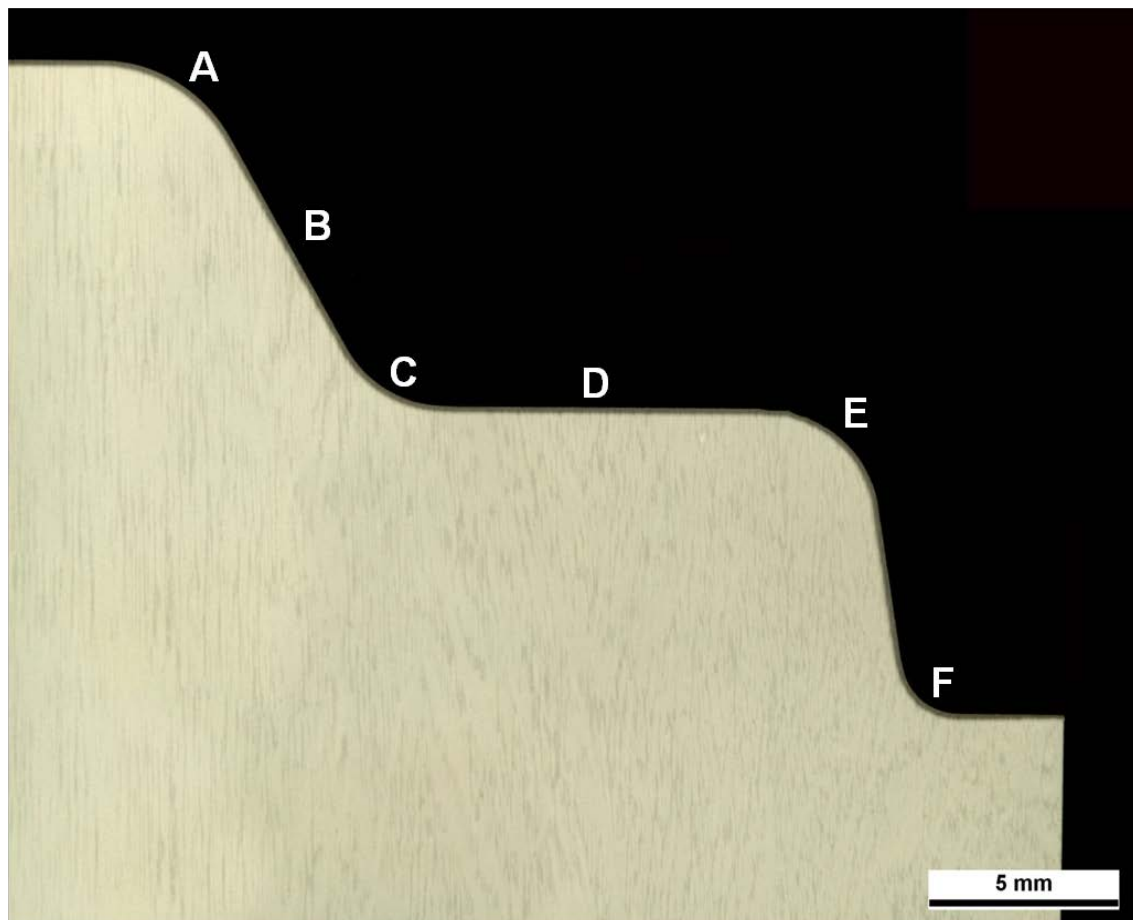


Variante 8: Plasmanitrieren 520 °C 1 h N<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>=3:1



*Variante 8: Untergesenk 1000:1*

Serienwerkzeug, gasnitriert



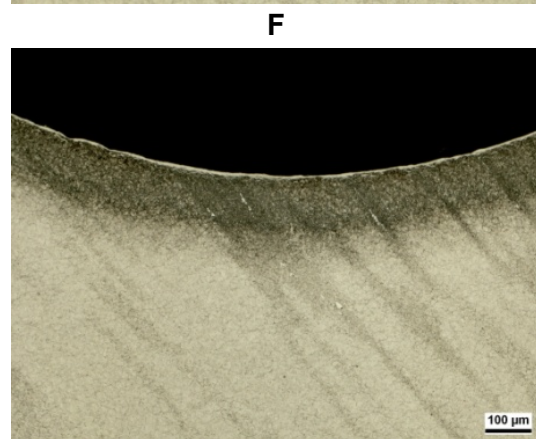
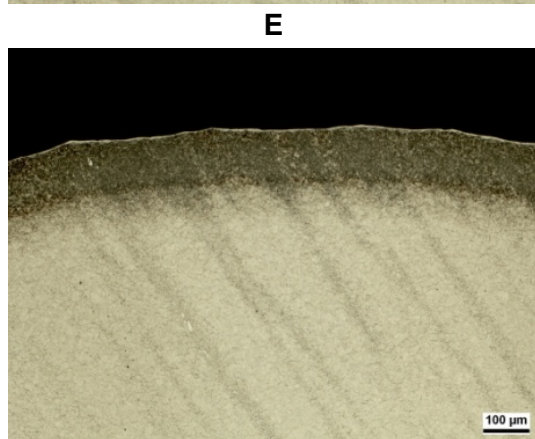
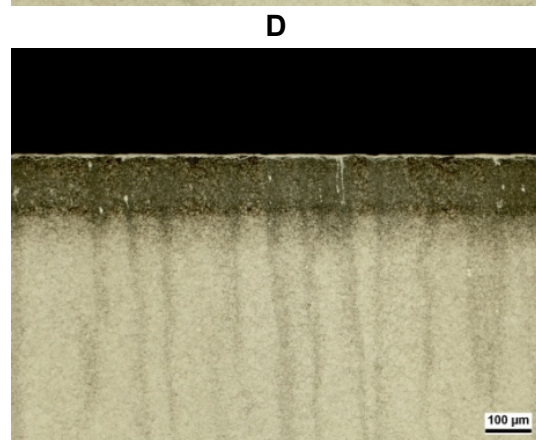
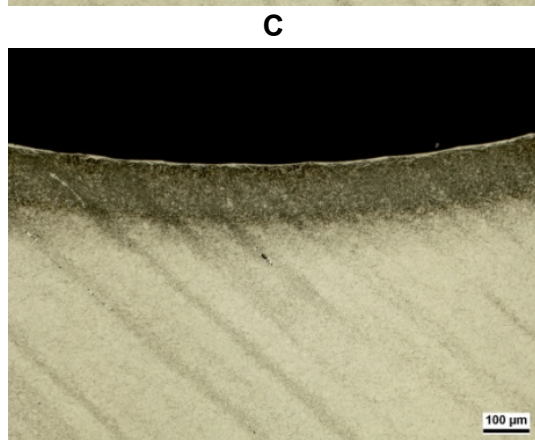
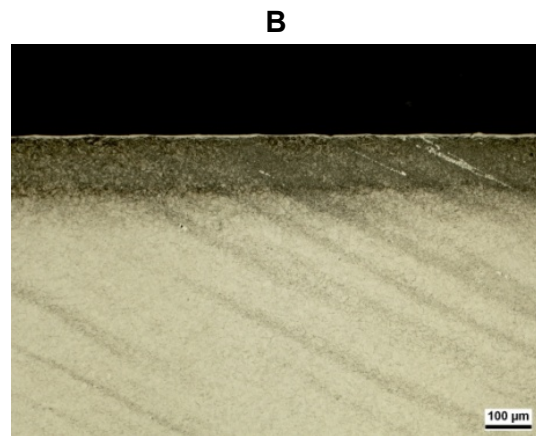
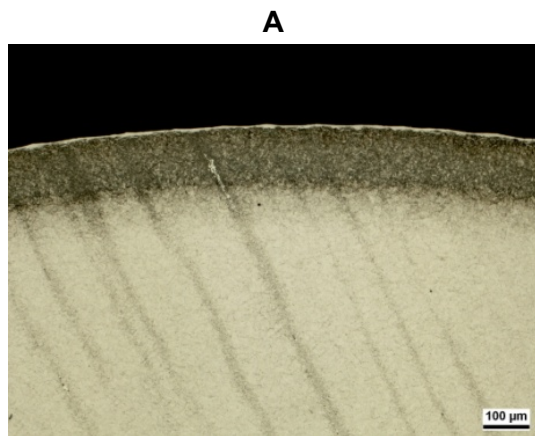
*Serie: Obergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	5,5	4,0	6,3
B	4,4	2,7	5,3
C	4,5	3,3	5,0
D	6,6	5,3	8,0
E	2,2	1,3	3,0
F	6,5	6,0	7,0

*Serie: Obergesenk Verbindungsschicht*

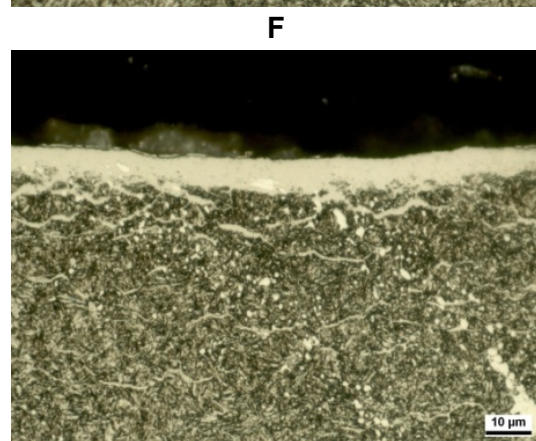
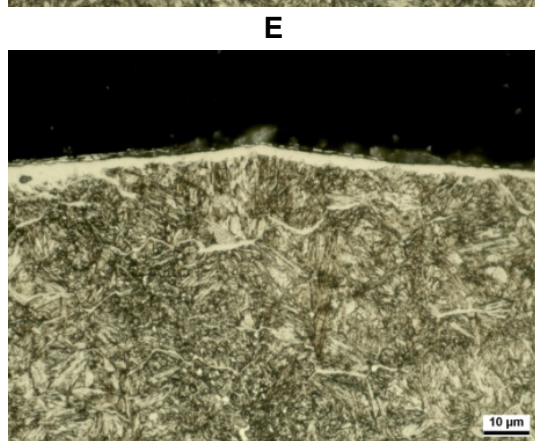
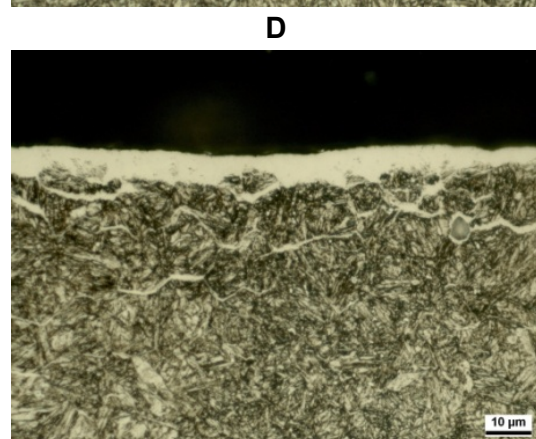
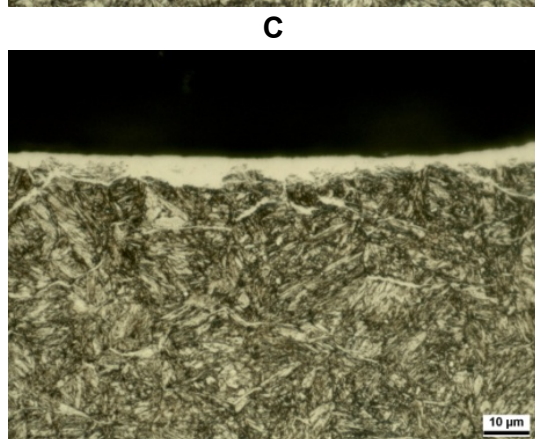
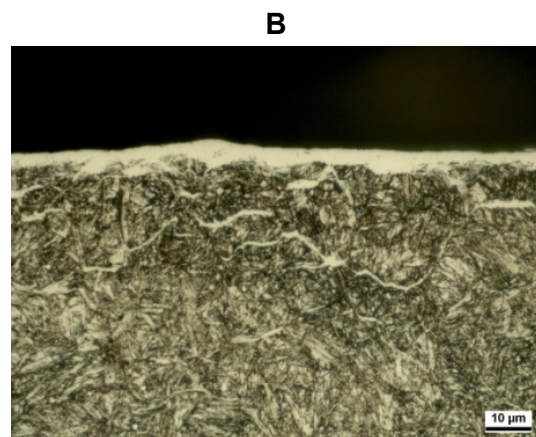
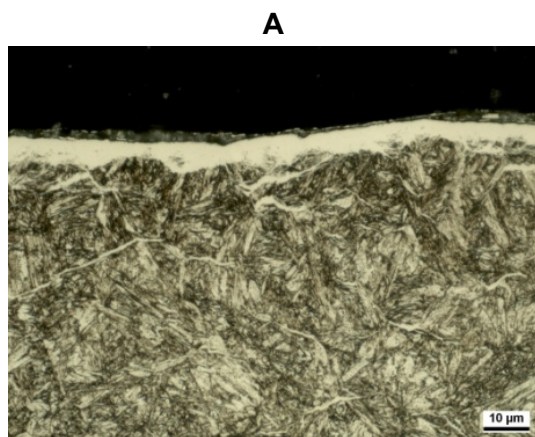


Serienwerkzeug, gasnitriert



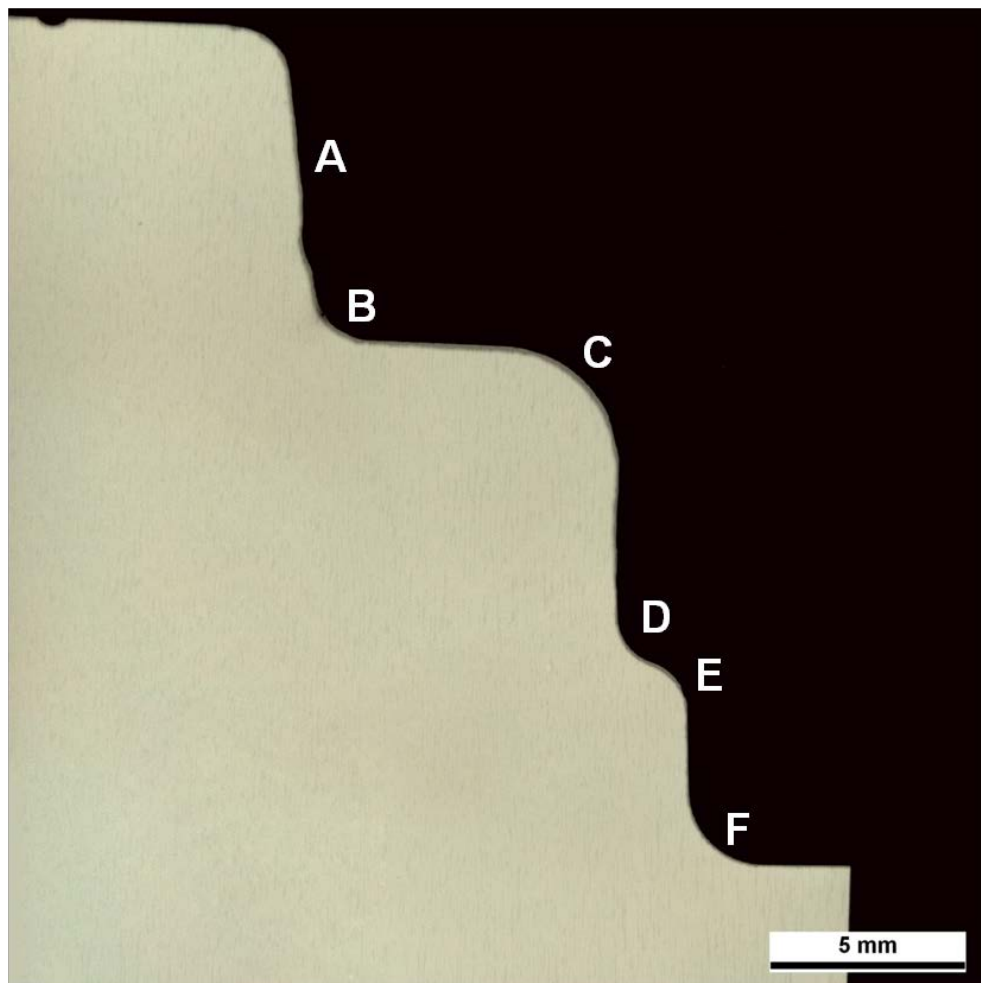
*Serie: Obergesenk 100:1*

Serienwerkzeug, gasnitriert



*Serie: Obergesenk 1000:1*

Serienwerkzeug, gasnitriert



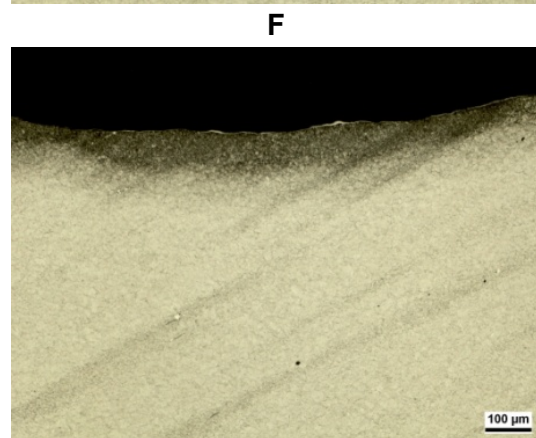
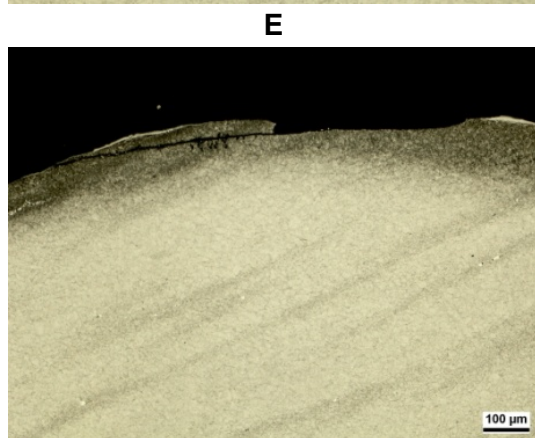
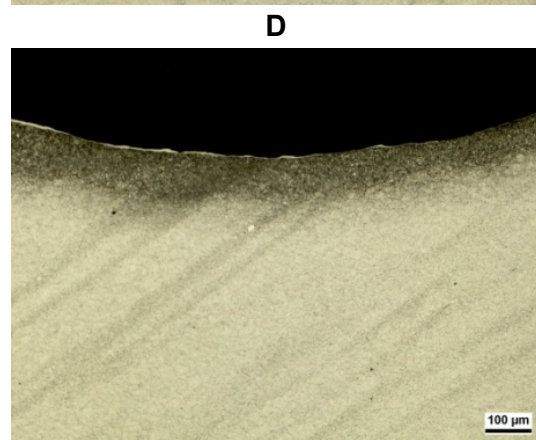
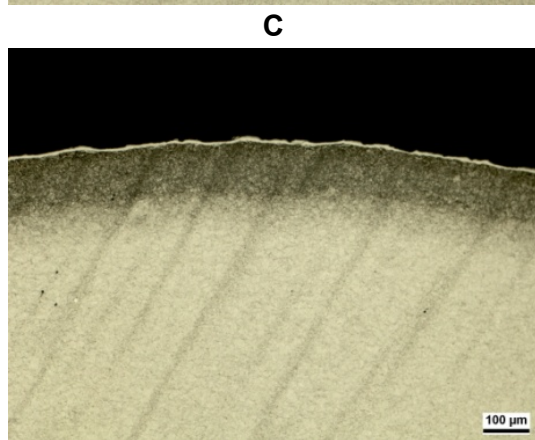
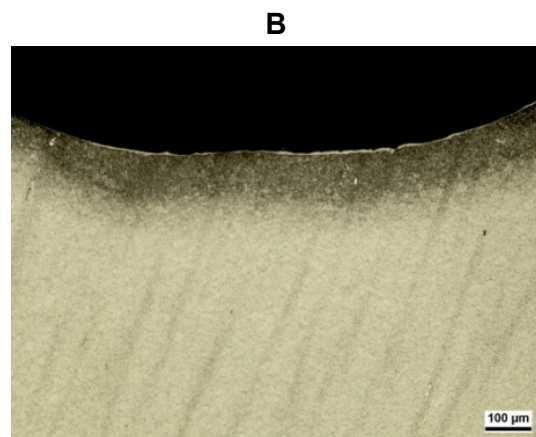
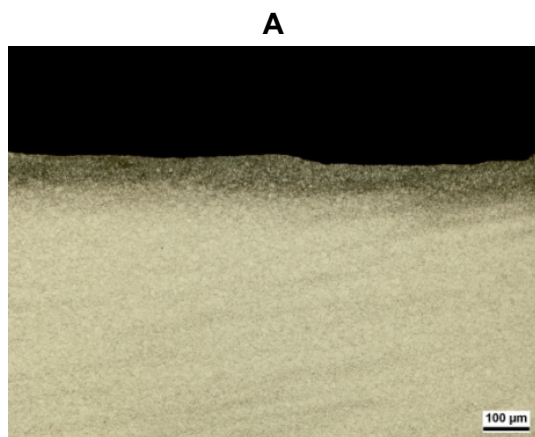
*Serie: Untergesenk Übersicht*

Stelle	CLT [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,min.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	CLT <sub>p,max.</sub> [ $\mu\text{m}$ ]
A	0	0	0	0	0	0
B	5,1	3,7	6,3	1,3	1,0	2,0
C	8,1	6,3	9,7	2,3	1,7	3,3
D	1,6	0,7	3,0	0	0	0
E	7,2	4,3	10,0	1,2	0	2,3
F	1,6	0,7	2,7	0	0	0

*Serie: Untergesenk Verbindungsschicht*



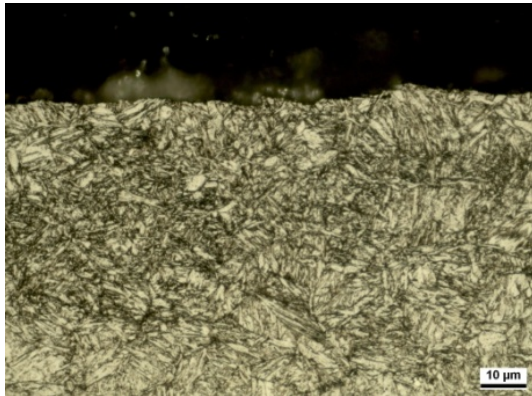
Serienwerkzeug, gasnitriert



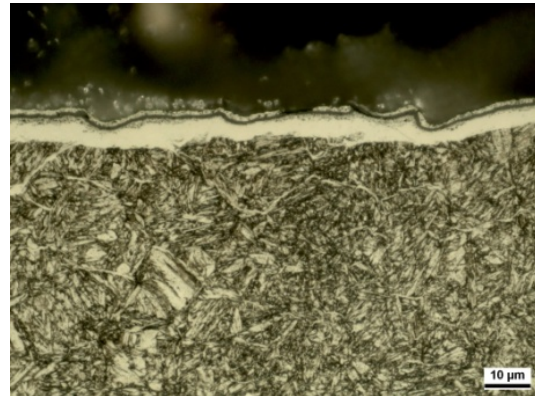
*Serie: Untergesenk 100:1*

Serienwerkzeug, gasnitriert

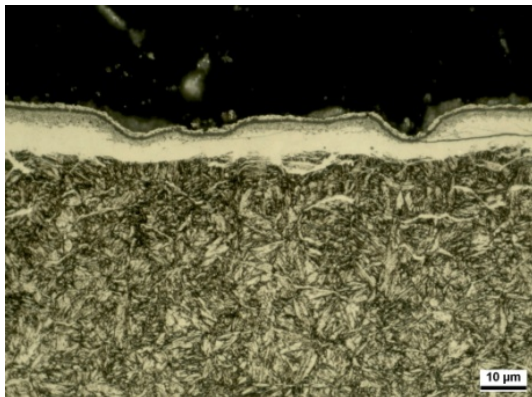
A



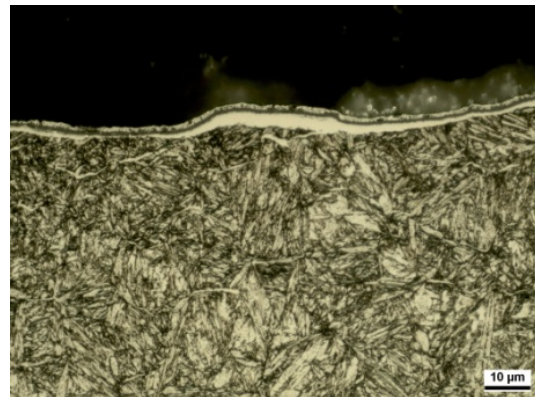
B



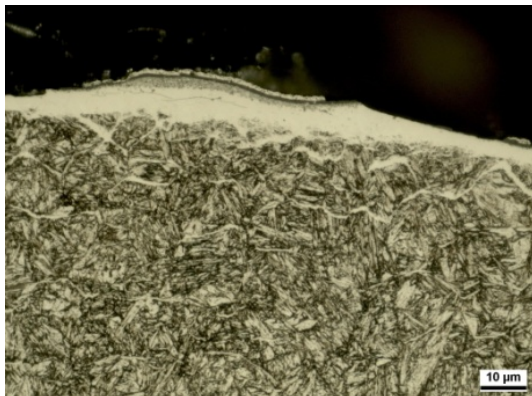
C



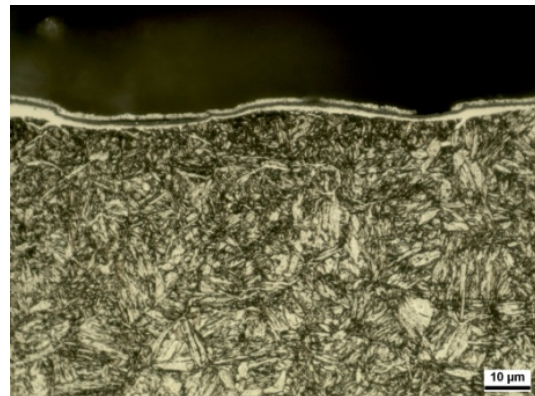
D



E



F



*Serie: Untergesenk 1000:1*